



SKRIPSI

**STUDI GANGGUAN Mg(II) DALAM ANALISA
BESI(II) DENGAN PENGOMPLEKS O-
FENANTROLIN MENGGUNAKAN
SPEKTROFOTOMETER UV-VIS**

**NOVITA SARI
NRP 1410100057**

**Dosen Pembimbing
Drs. R. Djarot Sugiarto K.S., M.S**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2015**



SKRIPSI

**INTERFERENCE STUDY OF Mg(II) ON IRON(II)
DETERMINATION WITH *O*-PHENANTROLINE
BY SPECTROPHOTOMETRY UV-VIS METHOD**

**NOVITA SARI
NRP 1410100057**

**Advisor Lecturer
Drs. R. Djarot Sugiarto K.S., M.S**

**CHEMISTRY DEPARTMENT
FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCES
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2015**

**STUDI GANGGUAN Mg(II) DALAM ANALISA BESI
(II) DENGAN PENGOMPLEKS *O*-FENANTROLIN
MENGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER UV-VIS**

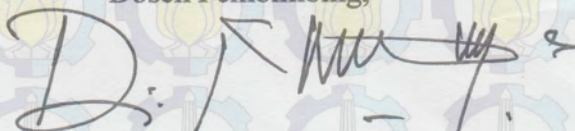
SKRIPSI

Disusun Oleh:

NOVITA SARI
NRP. 1410 100 057

Surabaya, 30 Januari 2015

Menyetujui,
Dosen Pembimbing,



Drs. R. Djarot Sugiarso K.S., M.S
NIP. 19650419 198803 1 001

Mengetahui :
Ketua Jurusan Kimia,



Hamzah Fansuri, M. Si, Ph. D
NIP. 19691017 199412 1 001

STUDI GANGGUAN Mg(II) DALAM ANALISA BESI(II) DENGAN PENGOMPLEKS *O*-FENANTROLIN MENGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER UV-VIS

Nama : Novita Sari
NRP : 1410 100 057
Jurusan : Kimia FMIPA-ITS
Pembimbing : Drs. R. Djarot Sugiarso K.S., M.S

Abstrak

Besi merupakan logam transisi yang dapat membentuk senyawa kompleks dengan *o*-fenantrolin. Kompleks besi dengan *o*-fenantrolin membentuk senyawa $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ dan menghasilkan warna merah jingga yang dapat diukur dengan spektrofotometer UV-Vis. Besi(III) direduksi menjadi besi(II) menggunakan pereduksi natrium tiosulfat. Senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ terbentuk pada pH 4,5 sehingga ditambahkan larutan buffer asetat pH 4,5. Absorbansi maksimum kompleks ini didapatkan pada panjang gelombang 510 nm. Penambahan ion Mg(II) 0,04 ppm pada larutan besi(III) 5 ppm dapat mengganggu proses penentuan besi dengan menurunkan absorbansi. Prosen recovery dari besi diketahui 90,99%. Relatif standar deviasi (RSD) yang didapat sebesar 2,24 ppt dan koefisien variasi (CV) sebesar 0,224%.

INTERFERENCE STUDY OF Mg(II) ON IRON(II) DETERMINATION WITH *O*- PHENANTHROLINE BY SPECTROPHOTOMETRY UV-VIS METHOD

Name : Novita Sari
NRP : 1410 100 057
Department : Kimia FMIPA-ITS
Advisor Lecture : Drs. R. Djarot Sugiarso K.S., M.S

Abstract

Iron is a transition metal compounds that able form complexes with *o*-phenanthroline. Complex iron dan *o*-phenanthroline forming compound $[\text{Fe}(\text{phenanthroline})_3]^{2+}$ dan produces orange-red color that can be measured with a UV-Vis spectrophotometer. Iron(III) is reduced to iron(II) using a reducing sodium thiosulfate. Complex compound $[\text{Fe}(\text{phenanthroline})_3]^{2+}$ formed at pH 4.5 that added a solution of acetate buffer pH 4.5. The maximum absorbance of the complex is obtained at a wavelength of 510 nm. The addition of Mg(II) in a solution of 0.04 ppm of iron(III) 5 ppm iron can interfere with the process of determining the decrease of absorbance. Percent recovery of iron(III) is 90.99%. Relative standard deviation (RSD) is 2.24 ppt and coefficient of variation (CV) is 0.224%.

KATA PENGANTAR

Puji Syukur kepada Allah SWT yang telah memberikan rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan naskah skripsi yang berjudul **“Studi gangguan Mg(II) dalam analisa besi(II) dengan pengompleks *o*-fenantrolin menggunakan spektrofotometer UV-Vis”** dengan baik. Penulis mengucapkan rasa terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Drs. R. Djarot Sugiarto K.S., M.S selaku dosen pembimbing yang telah memberikan bimbingan, pengetahuan, saran dan nasehat dalam penelitian dan penyusunan naskah ini.
2. Drs. Refdinal Nawfa selaku dosen wali yang telah mengarahkan penulis dari tingkat awal sampai tingkat akhir.
3. Ibu, kakak, adik dan nenek yang selalu memberikan do'a yang tak pernah terputus serta dukungan yang tiada henti.
4. Ludfi dan Zead atas semua motivasi, semangat, nasehat, do'a dan dukungannya.
5. Teman-teman C-28 Kimia FMIPA ITS serta semua pihak yang membantu demi terselesaikannya penulisan SKripsi ini

Penulis menyadari bahwa naskah Skripsi ini masih jauh dari sempurna. Penulis menerima kritik dan saran yang membangun dari pembaca untuk meningkatkan kualitas dan perbaikan lebih lanjut. Penulis berharap naskah Skripsi ini dapat bermanfaat bagi pembaca.

Surabaya, 30 Januari 2015

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN JUDUL	ii
LEMBAR PENGESAHAN	iii
ABSTRAK	vi
KATA PENGANTAR	viii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Permasalahan	3
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Tujuan	3
1.5 Manfaat	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Besi	5
2.2 Senyawa Kompleks	6
2.3 Pengompleks Besi	7
2.4 Pengompleks <i>O</i> -fenantrolin	7
2.5 Pereduksi Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)	9
2.6 Larutan Buffer	10
2.7 Pengaruh Ion Pengganggu	11

2.8 Magnesium (Mg)	13
2.9 Spektrofotometer UV-Vis	14
2.10 Deret Volta	17
2.11 Validasi Metode Analisis	18
2.11.1 Ketepatan (Akurasi)	18
2.11.2 Kecermatan (Presisi)	18
2.11.3 Selektifitas dan Spesifitas	19
2.11.4 Rudgeness	19
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	21
3.1 Alat dan Bahan	21
3.1.1 Alat	21
3.1.2 Bahan	21
3.2 Prosedur Kerja	21
3.2.1 Preparasi Larutan Standar Fe(III) 100 ppm	21
3.2.2 Preparasi Larutan <i>O</i> -fenantrolin 1000 ppm	21
3.2.3 Pembuatan Larutan Na ₂ S ₂ O ₃ 100 ppm	22
3.2.4 Pembuatan Larutan Buffer Asetat pH 4,5	22
3.2.5 Pembuatan Larutan Standar Mg (II) 100 ppm	22
3.2.6 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks [Fe(fenantrolin) ₃] ²⁺	23
3.2.7 Pembuatan Kurva Kalibrasi	
3.2.8 Pengaruh Ion Pengganggu Mg(II) pada pH 4,5	25
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	25
4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks [Fe(fenantrolin) ₃] ²⁺	25
4.2 Pembuatan Kurva Kalibrasi Kompleks	28



4.3 Pengaruh Ion Pengganggu Mg(II) Terhadap Analisa Besi(II) pH 4,5	30
---	----

BAB V KESIMPULAN	35
-------------------------	----

5.1 Kesimpulan	35
----------------	----

5.2 Saran	35
-----------	----

DAFTAR PUSTAKA	37
-----------------------	----

LAMPIRAN	41
-----------------	----

BIOGRAFI PENULIS	61
-------------------------	----

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Spektrum Warna dan Komplementernya pada Spektrofotometer UV-Vis	16
Tabel 4.1	Pengaruh Penambahan Ion Magnesium (II)	32
Tabel C.1	Absorbansi penentuan panjang gelombang maksimum larutan kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ antara 450-560 nm dengan interval 5 nm	49
Tabel C.2	Absorbansi penentuan panjang gelombang maksimum larutan $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ antara 505-515 nm dengan interval 1 nm.	50
Tabel C.3	Absorbansi kurva kalibrasi larutan $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$	51
Tabel C.4	Absorbansi pengaruh ion pengganggu $\text{Mg}(\text{II})$	51
Tabel D.1	Perhitungan persamaan regresi linear kurva kalibrasi	52
Tabel D.2	Perhitungan Koefisien Korelasi Kurva Kalibrasi	55
Tabel D.3	Data Persen (%) Recovery Kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ dengan Penambahan ion Magnesium(II)	57
Tabel D.4	Perhitungan Absorbansi Kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ dengan Penambahan Ion Magnesium(II)	57
Tabel D.5	Hasil Perhitungan Nilai RSD dan CV	58
Tabel E.1	Statistik Nilai Sebaran-t	60

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur <i>O</i> -fenantrolin	8
Gambar 2.2	Reaksi Pembentukan $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$	8
Gambar 2.3	Bentuk Geografi Molekul $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$	9
Gambar 2.4	Struktur Natrium Tiosulfat	10
Gambar 2.5	Prinsip Kerja Spektrofotometri UV-Vis	15
Gambar 2.6	Deret Volta	17
Gambar 4.1	Kurva Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ pada Rentang Panjang Gelombang 450-560 nm dengan interval 5 nm	26
Gambar 4.2	Kurva Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ pada Rentang Panjang Gelombang 505-515 nm dengan Interval 1 nm	27
Gambar 4.3	Kurva Kalibrasi $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ pada Panjang Gelombang Maksimum 510 nm	29
Gambar 4.4	Kompleks $[\text{Mg}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$	31
Gambar 4.5	Kurva Pengaruh Penambahan Ion Mg(II)	32

DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN A SKEMA KERJA 41

A.1	Pembuatan Larutan Standar Besi (III) 100 ppm	41
A.2	Pembuatan Larutan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm	41
A.3	Pembuatan Larutan O-fenantrolin 1000 ppm	41
A.4	Pembuatan Larutan Buffer Asetat pH 4,5	42
A.5	Pembuatan Larutan Mg (II) 100 ppm	42
A.6	Penentuan Panjang Gelombang (λ) Maksimum	43
A.7	Pembuatan Kurva Kalibrasi	43
A.8	Pengaruh Ion Mg(II) pada pH 4	44

LAMPIRAN B PERHITUNGAN PEMBUATAN LARUTAN 45

B.1	Pembuatan Larutan Besi(III) 100 ppm	45
B.2	Pembuatan Larutan Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) 100 ppm	45
B.3	Pembuatan Larutan O-fenantrolin 1000 ppm	46
B.4	Pembuatan Larutan Buffer Asetat pH 4,5	46
B.5	Pembuatan Larutan Mg(II) 100 ppm	48

LAMPIRAN C DATA HASIL PENELITIAN 49

C.1	Hasil Absorbansi Penentuan Panjang Gelombang Maksimum	49
C.2	Hasil Absorbansi Kurva Kalibrasi	51
C.3	Hasil Absorbansi Pengaruh Ion Pengganggu Mg(II)	51

LAMPIRAN D PERHITUNGAN STATISTIKA 52

D.1	Perhitungan Persamaan Regresi Linear Kurva Kalibrasi	52
-----	--	----

D.2	Perhitungan Koefisien Korelasi Kurva Kalibrasi	53
D.3	Perhitungan Uji-t Terhadap Kurva Kalibrasi	56
D.4	Perhitungan Konsentrasi % Recovery	56
D.5	Perhitungan Standar Deviasi (S), Relatif Standar Deviasi (RSD), dan Koefisien Variatif (CV)	57

LAMPIRAN E STATISTIK NILAI SEBARAN-t	60
---	-----------

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Besi merupakan salah satu mineral yang terdapat dalam jumlah besar di alam. Besi di alam berada pada material oksida dan sulfida. Besi memiliki dua bilangan oksidasi yaitu +2 dan +3 (Othmer, 1978). Besi juga terdapat pada makanan yang dikonsumsi oleh manusia sehari-hari yang berupa ion-ion yaitu ion Besi(II) (Ferro) dan Besi(III) (Ferri). Besi di dalam tubuh berfungsi untuk mengatur metabolisme tubuh. Akan tetapi jumlah kadar besi di dalam tubuh berlebih, akan menyebabkan berbagai bahaya kesehatan seperti diabetes, kerusakan hati bahkan penyumbatan pembuluh jantung. Oleh karena itu diperlukan suatu analisa untuk menentukan besarnya kadar besi di dalam makanan yang dikonsumsi sehari-hari (Alaerts and Santika, 1987)

Berbagai metode analitik telah dilakukan untuk menentukan kadar besi seperti AAS, *Graphite Furnace AAS*, semiluminisens, potensiometri, *Anodic Stripping Voltammetry* dan spektrofotometri UV-Vis (Tsfaldet dkk., 2004). Penentuan kadar besi secara spektrofotometri UV-Vis telah banyak dilakukan karena prosesnya cepat, mudah dan murah. Besi (baik dalam bentuk besi(II) atau besi(III)) perlu dikomplekskan terlebih dahulu dengan pengompleks besi yang membentuk suatu warna spesifik. Beberapa pengompleks besi yang digunakan adalah molybdenum, selenit, difenilkarbazon dan fenantrolin.

Metode spektrofotometri dengan pengompleks besi molybdenum telah dilakukan oleh Rao dan Verma (1985). Pada metode tersebut digunakan medium asam (H_2SO_4 4N) dengan lama kesetimbangan 5 menit. Sedangkan Malik (1991) melakukan percobaan dengan metode yang sama tetapi menggunakan pengompleks yang berbeda yaitu selenit dan difenilkarbazon. Pada tahun 1997, Malik kembali melakukan percobaan dengan pengompleks fenantrolin dan pengadsorpsi naphtalen. Namun kelemahannya yaitu dengan adanya pengadsorpsi, metode analisa

besi dengan pengompleks fenantrolin membutuhkan waktu yang lama. Tetapi secara umum, fenantrolin ini dapat digunakan sebagai pengompleks besi tanpa menggunakan zat pengadsorpsi sehingga tidak membutuhkan waktu yang lama. Fenantrolin lebih stabil ketika bereaksi dengan Fe^{2+} . Tetapi pada kondisi ruang ion Fe^{3+} lebih stabil, untuk itu diperlukan agen pereduksi seperti hidroksilamin hidroklorid. Pereduksi tersebut memerlukan perlakuan khusus yaitu setelah dibuat harus langsung dipakai saat itu juga sehingga pereduksi hidroksilamin hidroklorid kurang efektif (Malik dan Rao, 1997). Oleh sebab itu, Amelia (2004) melakukan penelitian menggunakan pereduksi natrium tiosulfat dan mendapatkan hasil bahwa pada konsentrasi natrium tiosulfat 11 ppm mampu mereduksi larutan Fe(III) 5 ppm menjadi Fe(II) dengan nilai recovery sebesar 99,25% dengan pH optimum buffer asetat yaitu 4,5. Kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ dapat stabil dalam jangka waktu yang lama. Lazic dkk. (2010) mengatakan dalam penelitiannya bahwa kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ dapat stabil hingga waktu 60 menit.

Analisa besi dengan pengompleks *o*-fenantrolin ini dapat diganggu oleh beberapa ion logam seperti mangan, tembaga, nikel, dan kobalt. Ion Mn(II) , Ni(II) dan Co(II) mengganggu ion besi dengan menurunkan absorbansi. Hasil penelitian yang telah dilakukan pada kondisi pH 4,5 menunjukkan bahwa ion Mn(II) mulai mengganggu pada konsentrasi 0,06 ppm dengan prosen recovery sebesar 88,46% (Pritasari, 2009); ion Ni(II) mulai mengganggu pada konsentrasi 0,08 ppm dengan prosen recovery sebesar 82,93% (Wulandari, 2009) dan ion Co(II) mulai mengganggu pada konsentrasi 0,2 ppm dengan prosen recovery sebesar 94,11% (Anwar, 2009).

Pada penelitian sebelumnya, ion gangguan yang digunakan berasal dari logam golongan transisi saja karena golongan transisi mudah membentuk kompleks. Akan tetapi ion logam golongan non transisi juga dapat membentuk kompleks dengan pengompleksnya, misalnya ion K^+ dengan SCN^- , ion Mg^{2+} dengan EDTA, dll. Maka dalam penelitian ini digunakan ion logam dari golongan non transisi sebagai ion pengganggu. Dalam

penelitian ini dipilih ion $Mg(II)$ karena ion $Mg(II)$ memiliki elektron valensi yang sama dengan ion $Fe(II)$ sehingga kemungkinan bisa terjadi kompetisi pembentukan kompleks antara $Mg(II)$ -fenantrolin dan besi(II) fenantrolin karena *o*-fenantrolin dapat membentuk kompleks yang sangat stabil dengan sejumlah logam, khususnya logam bivalen. Logam bivalen meliputi Cu, Hg, Fe, Cr, Mn dan Co (Sandell, 1959). Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan sebelumnya, maka dalam penelitian ini dilakukan penentuan gangguan ion $Mg(II)$ dalam analisa besi dengan pereduksi natrium tiosulfat dan pengompleks *o*-fenantrolin pada pH 4,5 menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

1.2 Permasalahan

Berdasarkan latar belakang di atas, permasalahan yang dapat dikaji dalam penelitian ini adalah apakah ion $Mg(II)$ dapat mengganggu dan seberapa besar konsentrasi ion $Mg(II)$ mulai mengganggu pada analisa besi dengan pereduksi natrium tiosulfat dan pengompleks *o*-fenantrolin pada pH 4,5 menggunakan spektrofotometri UV-Vis.

1.3 Batasan Masalah

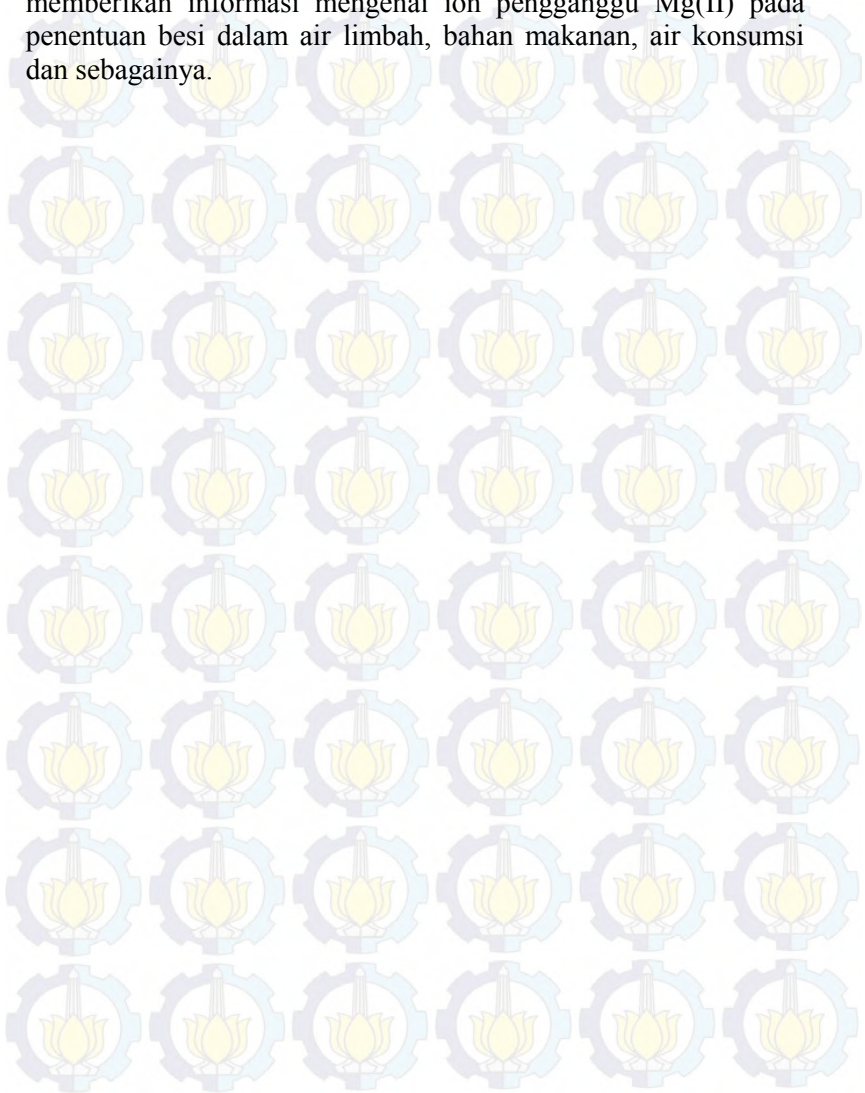
Batasan Masalah dalam penelitian ini adalah pengaruh ion $Mg(II)$ dengan konsentrasi 0,00; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04 dan 0,05 ppm dalam analisa besi(III) konsentrasi 5 ppm dengan pereduksi natrium tiosulfat 11 ppm dan pada pH 4,5 dengan pengompleks *o*-fenantrolin menggunakan spektrofotometri UV-Vis.

1.4 Tujuan

Penelitian ini bertujuan untuk menentukan kemampuan metode analisis besi dengan pereduksi natrium tiosulfat dan pengompleks *o*-fenantrolin pada pH 4,5 menggunakan spektrofotometri UV-Vis dengan keberadaan ion $Mg(II)$ sebagai ion pengganggu.

1.5 Manfaat

Manfaat yang diharapkan pada penelitian ini adalah dapat memberikan informasi mengenai ion pengganggu $Mg(II)$ pada penentuan besi dalam air limbah, bahan makanan, air konsumsi dan sebagainya.



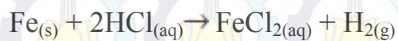
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

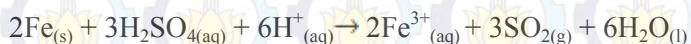
2.1 Besi

Besi merupakan logam yang sangat melimpah di alam. Kelimpahan besi di kulit bumi cukup besar sehingga besi banyak digunakan dalam kehidupan sehari-hari. Pengolahan besi relatif mudah dan murah serta besi mempunyai sifat-sifat yang menguntungkan dan mudah dimodifikasi. Karena itulah besi banyak digunakan oleh manusia (Sugiarto and Suyanti, 2010).

Besi (Fe) merupakan salah satu logam transisi dengan nomor atom 26 dan massa atom 55,845. Besi berada pada golongan VII B periode 4 dengan konfigurasi elektron $[\text{Ar}] 3d^6 4s^2$. Besi yang murni memiliki warna putih keperakan, sangat kuat dan mudah dibentuk. Besi dapat melebur pada suhu 1535°C . Bijih besi yang utama adalah *hematite* Fe_2O_3 , *magnetite* Fe_3O_4 , *limonite* $\text{FeO}(\text{OH})$ dan *siderite* FeCO_3 . Besi yang dijual di pasaran jarang ada yang murni dan biasanya mengandung sedikit karbit, silikat, fosfit, sulfat dan grafit. Campuran ini mempunyai peran penting dalam kekuatan besi. Besi dapat bersifat magnetik. Besi dapat dilarutkan dalam pelarut asam, misalnya asam klorida (HCl) baik encer maupun pekat dan asam sulfat (H_2SO_4). Besi yang dilarutkan dalam pelarut asam menghasilkan garam-garam besi(II) dan gas hidrogen dengan reaksi sebagai berikut:



Asam sulfat pekat yang panas menghasilkan garam-garam besi(III) dan sulfur dioksida dengan reaksi sebagai berikut:



Garam-garam besi terdapat dalam dua bentuk penting yaitu besi(II) (atau *ferrous*) dan besi(III) (atau *ferric*). Garam

besi(II) berasal dari besi(II) oksida (FeO). Dalam larutannya mengandung kation Fe^{2+} dan pada umumnya berwarna hijau cerah. Ion besi(II) dapat dioksidasi dengan mudah menjadi besi(III). Garam besi(III) berasal dari besi(III) oksida Fe_2O_3 . Mereka lebih stabil daripada garam besi(II). Larutannya mengandung kation Fe(III) dan pada umumnya berwarna kuning pucat. Jika larutannya mengandung klorida, maka warna larutan akan menjadi semakin pekat. Agen pereduksi akan mereduksi ion besi(III) menjadi ion besi(II) (Svehla, 1979).

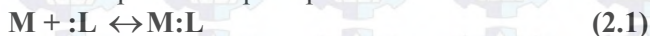
Besi yang dikonsumsi manusia bukan berbentuk logam, tetapi berbentuk ion Fe(II) dan ion Fe(III) yang juga merupakan suatu komponen aktif protein. Di dalam tubuh manusia, besi ditemukan dalam bentuk protein yang terdapat dalam darah yang disebut hemoglobin. Kegunaannya adalah sebagai transpor oksigen (O_2) dari paru-paru menuju berbagai jaringan tubuh dan transport karbondioksida (CO_2) menuju kembali ke paru-paru. Oksigen dan karbondioksida berikatan dengan hemoglobin selama proses transpor tersebut. Kebutuhan besi di dalam tubuh untuk membentuk hemoglobin dapat terpenuhi dengan mengonsumsi banyak sayuran hijau dan daging. Kekurangan dan kelebihan besi di dalam tubuh dapat mengakibatkan berbagai masalah metabolisme tubuh. Kekurangan besi menyebabkan anemia yang menjadikan tubuh terasa letih dan lesu. Sedangkan kelebihan besi dapat menyebabkan kerusakan hati, diabetes dan penyumbatan pembuluh jantung (Winarno, 1997).

2.2 Senyawa kompleks

Senyawa kompleks terdiri dari ion logam yang dikelilingi oleh ligan. Ligan merupakan ion atau molekul yang memiliki satu atau lebih pasangan elektron bebas sehingga ligan sebagai pemberi elektron dan ion logam sebagai penerima elektron. Senyawa kompleks adalah gabungan dari asam lewis (ion logam) dan basa lewis (ligan). Ligan yang membentuk ikatan dengan ion logam dinamakan donor elektron karena ligan mendonasikan pasangan elektron bebas untuk membentuk suatu ikatan. Sedangkan ion logam disebut akseptor elektron karena ion logam

menerima pasangan elektron bebas dari ligan untuk membentuk suatu ikatan dengan ligan tersebut. Perpindahan satu atau lebih pasangan elektron bebas dari ligan ke ion logam disebut senyawa kompleks koordinasi (Atkins dan Paula, 2010).

Proses pembentukan ikatan donor-akseptor pasangan elektron bebas dapat dilihat pada persamaan 2.1.



Dimana M adalah ion logam dan L adalah ligan. Jumlah ligan yang dapat diikat oleh ion logam disebut bilangan kompleks koordinasi (Rivai, 1995). Senyawa kompleks akan mudah terbentuk jika jari-jari ion logam kecil tetapi memiliki muatan yang besar dan atom pusat ion logam tersebut memiliki orbital kosong dengan tingkat energi yang kurang lebih sama (Arsyad, 2000).

2.3 Pengompleks Besi

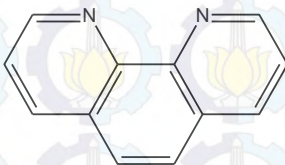
Logam besi merupakan salah satu logam yang dapat membentuk senyawa kompleks. Oksida besi dapat mempunyai bilangan koordinasi +2 sampai +6. Senyawa besi FeO memiliki bilangan koordinasi +2, senyawa besi Fe₂O₃ memiliki bilangan koordinasi +3, senyawa besi FeO₄²⁻ memiliki bilangan koordinasi +6 (Cotton dan Wilkinson, 1989).

Untuk melakukan analisa besi, maka besi perlu dikomplekskan dengan beberapa reagen. Beberapa reagen yang dapat digunakan sebagai pengompleks besi antara lain *o*-fenantrolin, bipyridine (Cotton dan Wilkinson, 1989), dimethyldithiocarbamate (Malik dan Rao, 1997), molybdenum, selenite dan diphenylcarbazone (Malik dan Rao, 1991).

2.4 Pengompleks *O*-fenantrolin

O-fenantrolin (1,10-fenantrolin atau orthofenantrolin) mempunyai rumus molekul C₁₂H₈N₂·H₂O yang berbentuk padatan kristal berwarna putih. *o*-fenantrolin mempunyai titik leleh monohidratnya 93-94°C dan titik leleh anhidratnya 117°C. Senyawa ini larut dalam air, alkohol, aseton dan benzene (Friest dan Getrost, 1977). *O*-fenantrolin merupakan molekul fenantrene

yang mempunyai dua kelompok CH yang tergantikan dengan dua atom nitrogen. Pasangan elektron bebas yang terdapat dalam atom nitrogen dikombinasikan dengan kerapatan siklik dalam cincin aromatik sehingga *o*-fenantrolin dapat bertindak sebagai ligan (Basset, Jeffrey, dkk., 1991). Struktur *o*-fenantrolin dapat dilihat pada Gambar 2.1.



Gambar 2. 1 Struktur *O*-fenantrolin

(Svehla, 1979).

O-fenantrolin merupakan pengompleks besi yang sangat stabil. *O*-fenantrolin hanya dapat membentuk kompleks yang stabil dengan besi(II) dan membentuk warna merah jingga. *O*-fenantrolin dengan besi(III) dapat membentuk kompleks, tetapi kurang stabil sehingga besi(III) harus direduksi dahulu menjadi besi(II) dengan agen pereduksi hidroksilamin hidroklorid (Svehla, 1985). Reaksi Fe^{2+} dan *o*-fenantrolin:



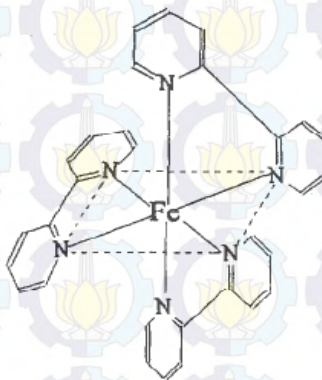
Gambar 2. 2 Reaksi Pembentukan $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$

(Skoog dkk., 2002).

Konfigurasi elektron yang terjadi adalah:



Dari konfigurasi elektron di atas, dapat disimpulkan bahwa hibridisasi kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ adalah d^2sp^3 yang bentuk geometrisnya adalah oktahedral (Sukardjo, 1992). Bentuk geometri molekulnya sebagai berikut :



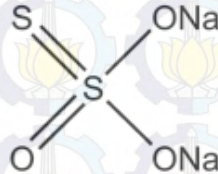
Gambar 2. 3 Bentuk Geometri Molekul $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$

(Liu dkk, 1996).

2.5 Pereduksi Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)

Natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) merupakan padatan kristal berwarna putih. Pada umumnya, natrium tiosulfat yang banyak dijumpai berbentuk pentahidrat yang memiliki titik lebur sebesar 48°C dan dapat larut dalam air dan minyak. Natrium tiosulfat

merupakan senyawa pereduksi yang kuat yang dapat mereduksi Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} . Struktur natrium tiosulfat dapat dilihat pada Gambar 2.2.



Gambar 2. 4 Struktur Natrium Tiosulfat

(Subiyakto, 2001).

Reaksi reduksi besi(III) menjadi besi(II) oleh natrium tiosulfat adalah sebagai berikut:



2.6 Larutan Buffer

Buffer atau larutan penyangga adalah larutan yang dapat mempertahankan pH ketika asam kuat atau basa kuat ditambahkan. Buffer terdiri dari campuran asam lemah dan garamnya atau basa lemah dan garamnya. Kemampuan suatu buffer untuk mempertahankan perubahan pH sebanyak 1 unit ketika penambahan sejumlah asam kuat atau basa kuat disebut kapasitas buffer (Harvey, 2000). Konsentrasi ion hidrogen dapat dihitung dari kesetimbangan kimia. Misalnya suatu buffer terdiri dari suatu asam lemah dan garamnya, maka kesetimbangan disosiasinya:



Tetapan kesetimbangan dapat dihitung dari persamaan berikut:

$$K_a = \frac{[\text{H}^+][\text{A}^-]}{[\text{HA}]}$$

(2.3)

Dimana konsentrasi ion hidrogen ditetapkan sebagai berikut:

$$[\text{H}^+] = K_a \frac{[\text{HA}]}{[\text{A}^-]} \quad (2.4)$$

Jumlah anion $[\text{A}^-]$ yang berasal dari garamnya adalah sangat banyak sehingga menyebabkan asam bebas yang terdapat didalamnya tidak mengalami dissosiasi. Konsentrasi total asam (Ca) hampir sama dengan konsentrasi asam yang tidak terdissosiasi :

$$\text{Ca} \approx [\text{HA}] \quad (2.5)$$

Konsentrasi total garam (Cs) akan hampir sama dengan konsentrasi anion:

$$\text{Cs} \approx [\text{A}^-] \quad (2.6)$$

Sehingga konsentrasi ion hidrogen dapat dinyatakan sebagai berikut:

$$[\text{H}^+] = K_a \frac{[\text{Ca}]}{[\text{Cs}]} \quad (2.7)$$

atau pH sebagai:

$$\text{pH} = \text{pK}_a + \log \frac{[\text{Cs}]}{[\text{Ca}]} \quad (2.8)$$

(Svehla, 1979).

2.7 Pengaruh Ion Pengganggu

Ion pengganggu merupakan ion asing yang menyebabkan kesalahan. Ion pengganggu sangat mempengaruhi analisis kuantitatif. Toleransi ion pengganggu adalah konsentrasi ion asing yang menyebabkan kesalahan lebih kecil dari $\pm 3,0\%$ dalam penentuan analisis (Amin and Gouda, 2008).

Senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ akan membentuk warna merah jingga pada kisaran pH 2-9. Senyawa fenantrolin ini merupakan pengompleks yang stabil sehingga sejumlah logam khususnya logam divalent akan bereaksi dengan senyawa fenantrolin. Sejumlah logam seperti Ni, Co dan Cu akan memberikan warna khusus ketika membentuk kompleks dengan fenantrolin, sehingga sejumlah logam yang dapat membentuk

kompleks dengan fenantrolin akan mengganggu analisis besi dengan pengompleks *o*-fenantrolin (Sandell, 1959).

Berikut merupakan ion-ion logam pengganggu dalam analisa besi dengan menggunakan pereduksi hidroksilamin hidroklorid:

- Perak dan bismuth menyebabkan pengendapan
- Kadmium, merkuri dan seng membentuk kompleks dengan reagen dan mengurangi intensitas warna. Konsentrasi maksimum ion pengganggu yang diperbolehkan dalam analisis besi 2 ppm adalah Cd 50 ppm, Hg 1 ppm dan Zn 10 ppm.
- Berilium dengan konsentrasi 50 ppm tidak mengganggu jika pH kompleks besi adalah 3-5. Jika di bawah pH tersebut, berilium akan membentuk kompleks dengan reagen dan jika di atas pH tersebut akan terjadi pengendapan hidroksida.
- Molibdenum(IV) tidak mengganggu jika pH di atas 5,5.
- Tembaga akan mengganggu jika pH di luar range 2,5-4 dan konsentrasi tembaga melebihi 10 ppm.
- Nikel akan mengganggu jika konsentrasi lebih dari 2 ppm. Nikel akan mengganggu dengan menghasilkan perubahan warna dan mencapai transmittansi di bawah 540 μ m.
- Kobalt akan mengganggu jika konsentrasi lebih dari 10 ppm dan di luar rentang pH 3-5. Kobalt mengganggu dengan menghasilkan warna kuning.
- Timah(II) akan mengganggu jika konsentrasi lebih dari 20 ppm dan di luar rentang pH 2-3, sedangkan timah(IV) akan mengganggu jika konsentrasi lebih dari 50 ppm dan pH kurang dari atau lebih dari 2,5.

(Sandell, 1959).

Pengaruh ion pengganggu pada penentuan besi dengan pereduksi natrium tiosulfat dan pengompleks *o*-fenantrolin serta pada kondisi pH 4,5 telah dilakukan penelitian. Ion-ion pengganggu tersebut antara lain:

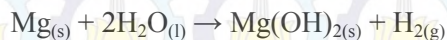
- Mn(II) mulai mengganggu pada konsentrasi 0,06 ppm
(Pritasari, 2009).
- Ni(II) mulai mengganggu pada konsentrasi 0,08 ppm

(Wulandari, 2009).

- Co(II) mulai mengganggu pada konsentrasi 0,2 ppm
(Anwar, 2009).
- Cu(II) mulai mengganggu pada konsentrasi 0,9 ppm
(Anggraeny, 2005).
- Ag(I) mulai mengganggu pada konsentrasi 0,03 ppm
(Dianawati, 2013).
- Cr(III) mulai mengganggu pada konsentrasi 0,08 ppm
(Dinararum, 2013).

2.8 Magnesium (Mg)

Magnesium merupakan logam golongan alkali tanah dengan nomor atom 12 dan massa atom 24,3 gram/mol. Magnesium dihasilkan dengan beberapa cara. Sumber magnesium yang paling utama adalah batuan dolomite dan air laut, yang mengandung 0,13% magnesium (Cotton dan Wilkinson, 1989). Magnesium merupakan logam yang berwarna putih, lunak dan mudah dibentuk. Magnesium meleleh pada suhu 650°C. Magnesium yang terbakar oleh udara atau oksigen menghasilkan cahaya putih cemerlang, membentuk oksida MgO dan beberapa nitrida Mg₃N₂. Logam ini didekomposisi oleh air secara perlahan-lahan pada suhu ruang tetapi pada titik didih air, proses reaksi berlangsung cepat dengan reaksi sebagai berikut :



Magnesium sangat mudah larut dalam asam dengan reaksi sebagai berikut :



(Svehla, 1979).

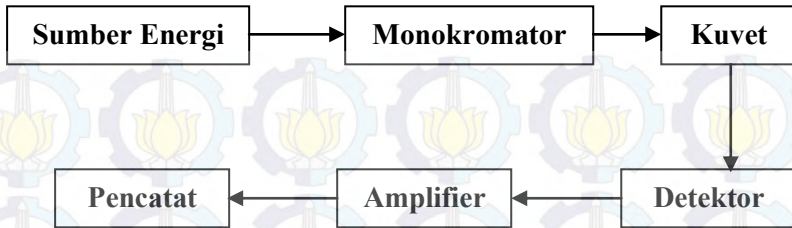
Magnesium mempunyai permukaan pelindung lapisan tipis oksida. Magnesium digunakan dalam aliansi konstruksi sinar dan untuk pembuatan pereaksi Grignard dengan interaksinya terhadap alkil atau aril halide dalam larutan eter. Magnesium juga sangat penting dalam kehidupan karena terdapat dalam klorofil (Cotton dan Wilkinson, 1989).

2.9 Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometri adalah suatu metode analisis yang berdasarkan pada pengukuran serapan sinar monokromatis oleh suatu larutan berwarna pada panjang gelombang yang spesifik dengan menggunakan monokromator prisma atau kisi difraksi dan *detector vacuum phototube*. Alat yang digunakan adalah spektrofotometer. Spektrofotometer ini digunakan untuk menentukan senyawa baik secara kuantitatif maupun kualitatif dengan mengukur transmittan atau absorbansi dari suatu cuplikan sebagai fungsi konsentrasi (Harjadi, 1986).

Salah satu contoh alat instrumentasi analisis yang lebih kompleks adalah spektrofotometer UV-Vis. Spektrofotometer UV-Vis merupakan alat banyak dimanfaatkan untuk penentuan konsentrasi senyawa-senyawa. Alat ini memakai sumber radiasi elektromagnetik pada daerah ultraviolet dekat (190-380 nm) dan sinar tampak (380-780 nm), juga melibatkan energi elektronik yang cukup besar pada molekul yang dianalisis (Mulja, 1998). Spektrofotometer terdiri atas spectrometer dan fotometer. Spectrometer menghasilkan sinar dari spectrum dengan panjang gelombang tertentu, dan fotometer adalah alat pengukur intensitas cahaya yang ditransmisikan atau yang diabsorpsi. Spektrofotometer tersusun atas sumber spektrum yang kontinyu, monokromator, sel pengabsorpsi untuk larutan sampel atau blanko dan pembedaan yaitu alat untuk mengukur perbedaan absorbansi antara sampel dan blanko (Khopkar, 1990).

Prinsip kerja dari spektrofotometri UV-Vis yaitu sumber sinar akan dilewatkan melalui monokromator (slit masuk, pendispersi dan slit keluar) menuju sel absorpsi atau kuvet kemudian diteruskan menuju detektor untuk diubah menjadi spektra. Prinsip kerja spektrofotometer UV-Vis akan dijelaskan pada Gambar 2.3.



Gambar 2. 5 Prinsip Kerja Spektrofotometri UV-Vis

(Khopkar, 1990).

Keterangan:

1. Sumber Energi

Sumber energi yang digunakan berasal dari sumber radiasi. Sumber radiasi yang sesuai untuk mengukur serapan harus menghasilkan spektrum yang kontinu dengan intensitas yang sama pada keseluruhan range panjang gelombang. Sumber radiasi ultraviolet berasal dari lampu hidrogen (H_2) dan lampu deuterium (D_2) (160-380 nm), sedangkan sumber radiasi *Visible* (tampak) berasal dari lampu tungsten (320-2400 nm)

(Harvey, 2000).

2. Monokromator

Monokromator adalah alat untuk mengubah radiasi polikromatik menjadi panjang gelombang tunggal (monokromatik) menggunakan kisi difraksi atau prisma

(Harvey, 2000).

3. Kuvet

Kuvet digunakan sebagai tempat sampel. Pada pengukuran di daerah visibel, digunakan kuvet kaca atau kuvet kaca corex. Sedangkan pada pengukuran di daerah UV, digunakan kuvet yang terbuat dari bahan kuarsa karena gelas tidak tembus pada daerah ini (Khopkar, 1990).

4. Detektor

Detektor adalah alat yang digunakan untuk menyerap energi foton dan mengubah energi tersebut untuk dapat diukur secara kuantitatif seperti arus listrik (Sastrohamidjojo, 1991).

5. Amplifier

Amplifier berfungsi agar isyarat listrik memadai untuk dibaca pada sistem baca (pencatat) (Sastrohamidjojo, 1991).

6. Pencatat

Sistem baca (pencatat) dimana diperagakan besarnya isyarat listrik yang ditangkap (Sastrohamidjojo, 1991).

Skoog dan West (2004) mengelompokkan spektrum warna yang diserap oleh suatu sampel dan warna komplementernya. Panjang gelombang, spektrum warna dan warna komplementernya dapat dilihat dalam Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Spektrum Warna dan Komplementernya pada Spektrofotometer UV-Vis

Panjang Gelombang (nm)	Warna	Warna Komplementer
400 – 435	Ungu	Hijau Kekuningan
435 – 480	Biru	Kuning
480 – 490	Biru kehijauan	Oranye
490 – 500	Hijau kebiruan	Merah
500 – 560	Hijau	Merah keunguan
560 – 580	Hijau kekuningan	Ungu
580 – 595	Kuning	Biru
595 – 610	Jingga	Biru kehijauan
610 – 750	Merah	Hijau kebiruan

Acuan dari spektrofotometer UV-Vis ini adalah Hukum Lambert-Beer. Hukum Lambert-Beer menyatakan bahwa intensitas yang diteruskan oleh larutan zat adsorben berbanding lurus dengan tebal dan konsentrasi larutan. Apabila ketebalan

benda atau konsentrasi materi yang dilewatkan cahaya bertambah, maka cahaya akan lebih banyak diserap sehingga dapat dituliskan dalam persamaan 2.1 sebagai berikut.

$$A = a b c \quad (2.9)$$

dimana a merupakan konstanta absorptivitas. Nilai a bergantung pada satuan yang digunakan untuk b dan c . Apabila konsentrasi dinyatakan dalam satuan mol/liter dan panjang sel dalam cm, maka persamaan 2.10 menjadi:

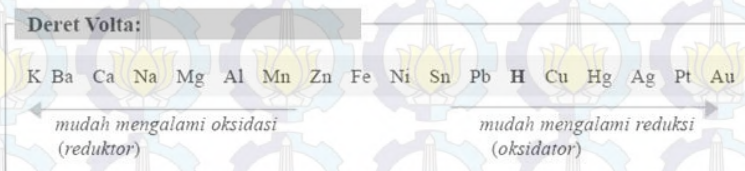
$$A = \epsilon b c \quad (2.10)$$

Dengan ϵ merupakan tetapan absorptivitas yang didapat dari rumus $\epsilon = a \cdot MR$ (2.11)

(Wiryawan, 2008).

2.10 Deret Volta

Dalam elektrokimia, kita mengenal yang disebut deret volta, yaitu deret yang menunjukkan kecenderungan logam-logam yang lebih mudah mengalami reduksi atau oksidasi berdasarkan harga potensial reduksi standar (E^0).



Gambar 2. 6 Deret Volta

Dengan memakai deret volta, kita memperoleh beberapa kesimpulan sebagai berikut:

- Logam-logam yang terletak di sebelah kiri H memiliki E^0 negatif, sedangkan logam-logam yang terletak di sebelah kanan H memiliki E^0 positif.
- Harga E^0 logam semakin ke kanan semakin besar. Hal ini berarti bahwa logam-logam di sebelah kanan lebih mudah mengalami reduksi (menangkap elektron) atau sukar mengalami oksidasi (melepas elektron), begitu pula sebaliknya.

- c. Makin ke kanan, sifat reduktor makin lemah (sukar teroksidasi). Makin ke kiri, sifat reduktor makin kuat (mudah teroksidasi). Itulah sebabnya, unsur-unsur dalam deret volta hanya mampu mereduksi unsur-unsur di sebelah kanannya (Silberberg, 2011)

2.11 Validasi Metode Analisis

Metode Analisis merupakan suatu metode penilaian terhadap parameter tertentu berdasarkan percobaan laboratorium untuk membuktikan bahwa metode analisis yang digunakan telah memenuhi syarat sesuai dengan tujuan pelaksanaannya (Burgess, 2000). Beberapa parameter dari metode analisis adalah sebagai berikut:

2.11.1 Ketepatan (Akurasi)

Akurasi adalah suatu tindakan persetujuan berdasarkan hasil analitik tunggal dengan hasil yang sebenarnya. Biasanya menunjukkan derajat kedekatan hasil atau biasa disebut dengan % *recovery*. Akurasi dapat dinyatakan juga dengan *Absolut Error* (AE) atau *Relative Error* (RE), sebagai berikut:

$$AE = x_i - x_t \quad (2.12)$$

$$RE = \frac{[x_i - x_t]}{x_i} \times 100\% \quad (2.13)$$

Dimana x_t adalah harga atau kadar rata-rata yang didapat dan x_i adalah harga atau kadar sebenarnya (Underwood, 1990). Batasan nilai % *recovery* untuk cuplikan biologis dan bahan makanan adalah 95-105% sedangkan untuk cuplikan batuan adalah 80-120% (Miller and Miller, 1991). Faktor-faktor yang mempengaruhi tingkat akurasi yaitu peralatan yang telah dikalibrasi, pereaksi dan pelarut yang baik, pengontrolan suhu, dan pengontrolan yang cermat sesuai prosedur (Burgess, 2000).

2.11.2 Kecermatan (Presisi)

Presisi adalah suatu tindakan persetujuan antara hasil perhitungan dengan hasil penentuan pengulangan pada metode analitik yang sama. Umumnya presisi dari metode analitik dinyatakan dalam standar deviasi (s), relative standar deviasi

(RSD) dan koefisien variasi (CV). Berikut ini adalah persamaan dari masing-masing presisi:

$$S = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (2.14)$$

$$RSD = \frac{S}{\bar{x}} \times 1000 \text{ ppt} \quad (2.15)$$

$$CV = \frac{S}{\bar{x}} \times 100\% \quad (2.16)$$

Keterangan :

S = simpangan baku

x = hasil perhitungan

\bar{x} = hasil perhitungan rata-rata

N = jumlah pengulangan

Suatu metode analitik dapat dikatakan memiliki presisi yang baik jika $RSD < 20 \text{ ppt}$ dan $CV < 2\%$ (Miller dan Miller, 1991).

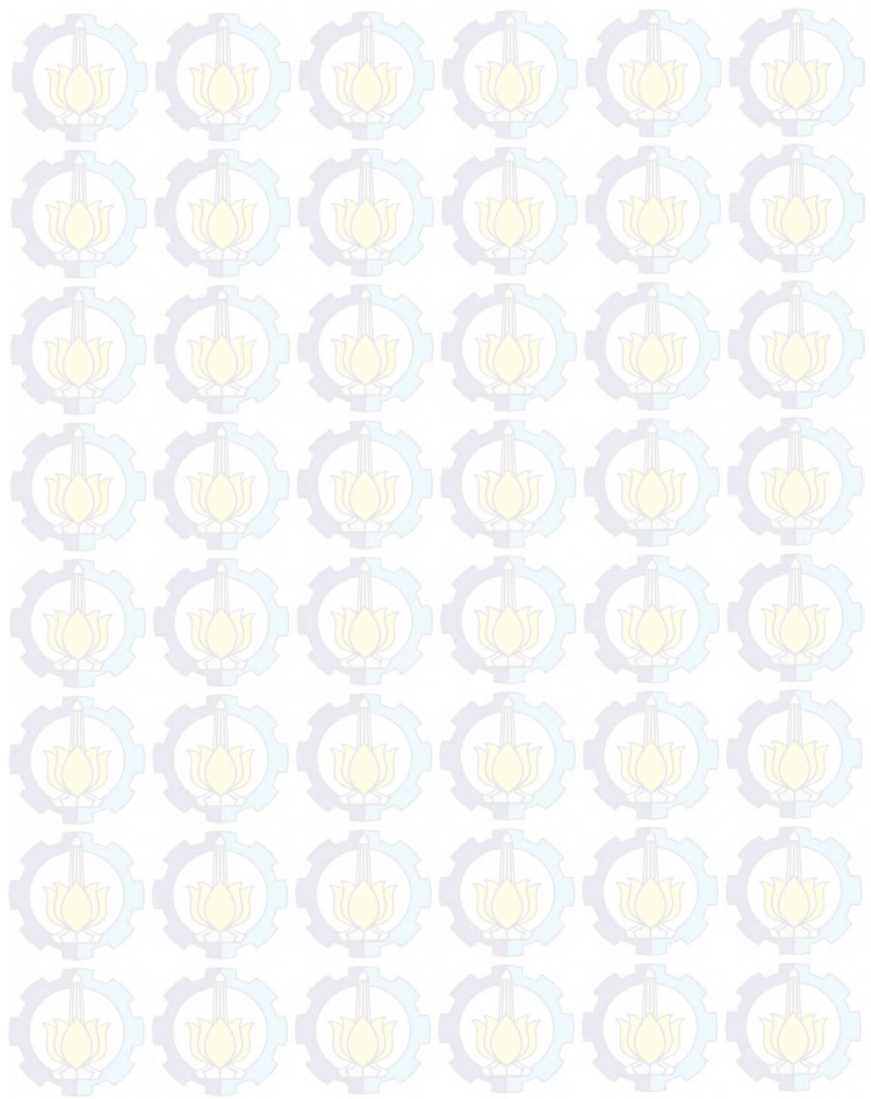
2.11.3 Selektifitas dan spesifitas

Selektifitas diartikan sebagai kemampuan metode analisis untuk memberi tanggapan detektor terhadap komponen-komponen kimia secara terpisah. Sedangkan spesifitas diartikan sebagai kemampuan metode analisis untuk memberi tanggapan detektor pada analat (Underwood, 1990).

2.11.4 Rudgeness

Rudgeness adalah variasi uji-t terhadap cuplikan dan metode yang sama, yang disebabkan oleh perbedaan operasional dan lingkungan. Rudgeness tidak boleh keluar dari persyaratan presisi metode analisis, yaitu memberikan harga $RSD < 20 \text{ ppt}$ atau $CV < 2\%$ (Underwood, 1990).

“Halaman ini sengaja dikosongkan”



BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah gelas beker, botol semprot, kaca arloji, mikropipet, propipet, pipet ukur, pipet tetes, labu ukur, kuvet, neraca analitik, pH meter dan spektrofotometer UV-Vis.

3.1.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah bahan-bahan yang memiliki kemurnian tinggi (*pureanalysis*) diantaranya $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, *o*-fenantrolin, asam asetat, natrium asetat, $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, aseton dan aqua DM.

3.2 Prosedur Kerja

3.2.1 Pembuatan Larutan Standar Fe(III) 100 ppm

Larutan Fe(III) dibuat dengan cara melarutkan kristal $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,0483 gram dalam gelas beaker berisi sedikit aqua DM. Kemudian dimasukkan larutan yang telah dibuat ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan aqua DM sampai volume 100 ml (Anwar, 2009).

3.2.2 Pembuatan Larutan *O*-fenantrolin 1000 ppm

Larutan *o*-fenantrolin 1000 ppm dibuat dengan melarutkan *o*-fenantrolin sebanyak 0,1000 gram dalam gelas beaker yang berisi sedikit aqua DM. Kemudian dimasukkan larutan yang telah dibuat ke dalam labu ukur 100 ml dan diencerkan dengan aqua DM sampai volume 100 ml (Anwar, 2009).

3.2.3 Pembuatan Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm

Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 100 ppm dibuat dengan cara melarutkan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,0157 gram dalam gelas beaker yang berisi sedikit aqua DM. Kemudian dimasukkan larutan yang telah dibuat ke dalam labu ukur 100 ml dan diencerkan dengan aqua DM sampai volume 100 ml (Anwar, 2009).

3.2.4 Pembuatan Larutan Buffer Asetat pH 4,5

Larutan buffer asetat dibuat dengan melarutkan natrium asetat sebanyak 3,9374 gram ke dalam gelas beaker yang berisi sedikit aqua DM dan 5 ml asam asetat *p.a* ($K_a=1,75 \times 10^{-5}$) kemudian dimasukkan dalam labu ukur 50 ml dan diencerkan dengan aqua DM sampai volume 50 ml. Diuji pH dengan pH meter (Anwar, 2009).

3.2.5 Pembuatan Larutan Mg(II) 100 ppm

Larutan Mg(II) 100 ppm dibuat dengan cara melarutkan $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,0836 gram ke dalam gelas beaker yang berisi sedikit aqua DM. Kemudian dimasukkan dalam labu ukur 100 ml dan diencerkan dengan aqua DM sampai volume 100 ml.

3.2.6 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$

Larutan standar Fe(III) 100 ppm sebanyak 0,5 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 10 ml, kemudian ditambahkan 1,1 ml larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm sebagai pereduksi dan larutan *o*-fenantrolin 1000 ppm sebanyak 1,5 ml. Selanjutnya ditambahkan larutan buffer asetat pH 4,5 sebanyak 1,5 mL, dan aseton sebanyak 5 ml. Larutan tersebut diencerkan dengan aqua DM sampai volume 10 ml. Larutan tersebut lalu dikocok dan didiamkan selama 30 menit untuk kemudian diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 450-560 nm. Perlakuan ini dilakukan secara tiga kali pengulangan. Panjang gelombang maksimum ditentukan

berdasarkan absorbansi yang diperoleh yaitu sebesar 0,2-0,8 (Anwar, 2009).

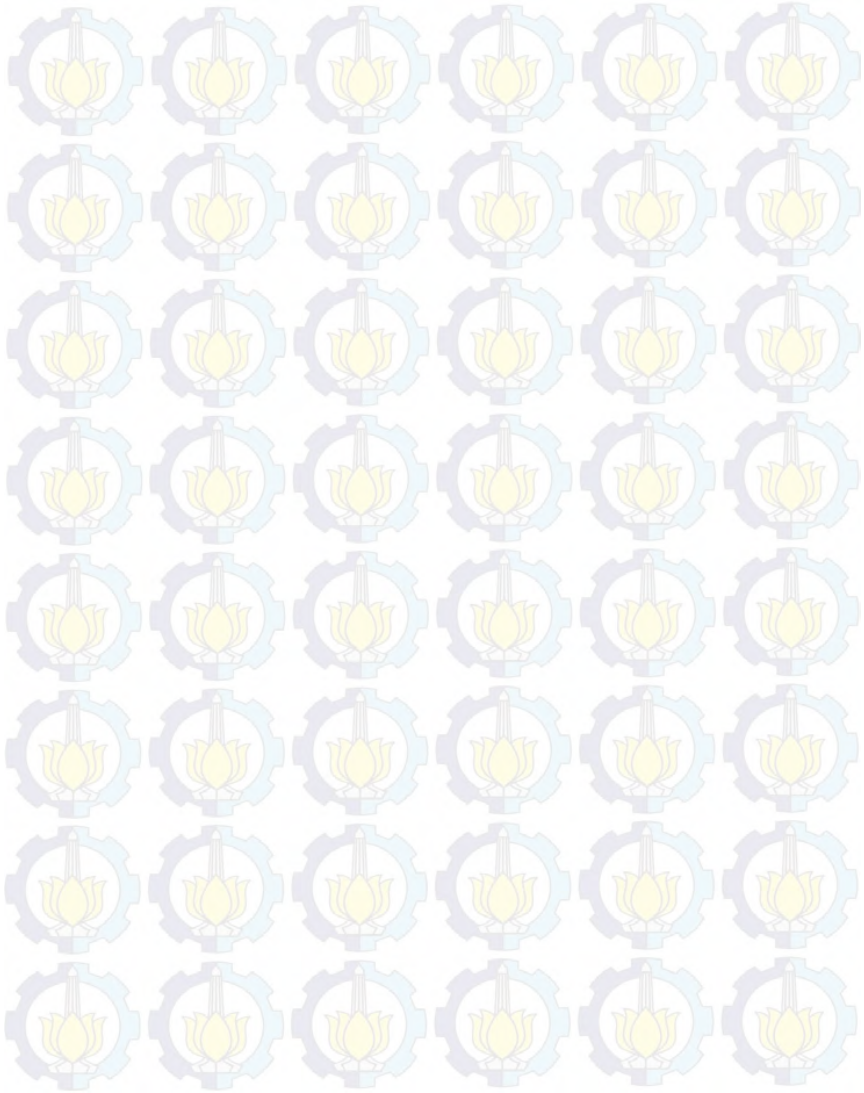
3.2.7 Pembuatan Kurva Kalibrasi

Larutan standar Fe(III) 100 ppm dengan volume masing-masing 0,1 ml; 0,2 ml; 0,3 ml; 0,4 ml; dan 0,5 ml dimasukkan dalam labu ukur 10 ml yang berbeda. Masing-masing larutan ditambahkan 1,1 ml larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm dan larutan *o*-fenantrolin 1000 ppm sebanyak 1,5 ml. Selanjutnya ditambahkan larutan buffer asetat pH 4,5 sebanyak 1,5 ml, dan aseton sebanyak 5 ml. Larutan tersebut diencerkan dengan aqua DM sampai volume 10 ml. Larutan tersebut lalu dikocok dan didiamkan selama 30 menit untuk kemudian diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum hasil pengukuran kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$. Perlakuan ini dilakukan secara tiga kali perulangan. Setelah didapat absorbansi, kemudian dibuat kurva kalibrasi antara absorbansi dengan konsentrasi larutan Fe(III) (Anwar, 2009).

3.2.8 Pengaruh Ion Pengganggu Mg(II) pada pH 4,5

Larutan standar Fe(III) 100 ppm sebanyak 0,5 ml dimasukkan ke dalam labu ukur 10 ml. Kemudian ditambahkan 1,1 ml larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm dan larutan Mg(II) 10 ppm 0,01 ml. Selanjutnya ditambahkan 1,5 ml larutan *o*-fenantrolin 1000 ppm dan 1,5 ml buffer asetat pH 4,5 dan 5 ml aseton. Larutan tersebut diencerkan dengan aqua DM sampai volume 10 ml. Campuran tersebut dikocok dan didiamkan selama 5 menit, kemudian diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum hasil pengukuran kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$. Dilakukan tiga kali pengulangan. Prosedur yang sama juga dilakukan penambahan 0,02 ml; 0,03 ml; 0,04 ml dan 0,05 ml larutan Mg(II) 10 ppm.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”



BAB IV

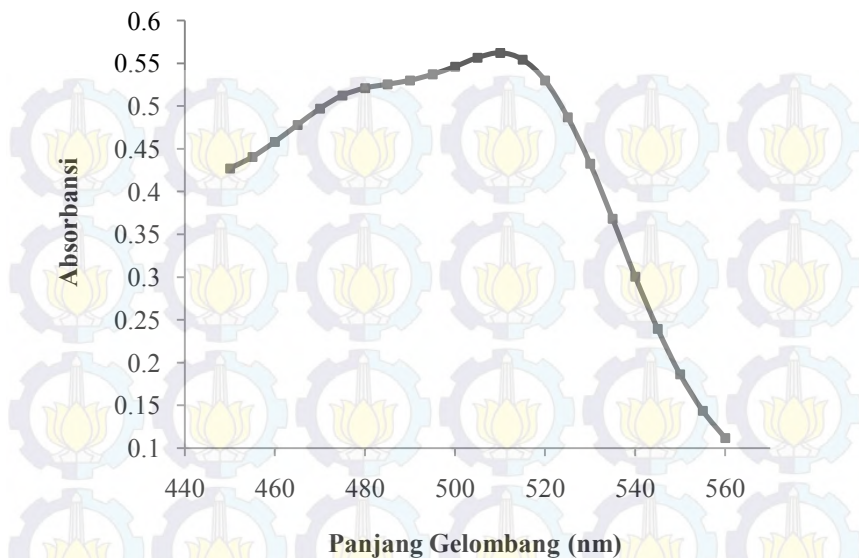
HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini dilakukan studi gangguan ion magnesium(II) pada analisa besi(II) dengan pengompleks *o*-fenantrolin pada pH 4,5 menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Penelitian ini diawali dengan mereduksi besi(III) menjadi besi(II) menggunakan pereduksi natrium tiosulfat. Kemudian besi(II) dikomplekskan dengan *o*-fenantrolin membentuk kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ yang memiliki warna merah jingga. Kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ dalam suasana asam dengan pH 4,5 diukur absorbansinya untuk menentukan panjang gelombang maksimum menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Penelitian ini dikembangkan dari penelitian sebelumnya yaitu sebelum besi(II) dikomplekskan dengan *o*-fenantrolin, ditambahkan larutan magnesium(II) terlebih dahulu sebagai ion pengganggu. Pengaruh ion magnesium(II) terhadap analisa besi(II) akan dibahas dalam penelitian ini.

4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$

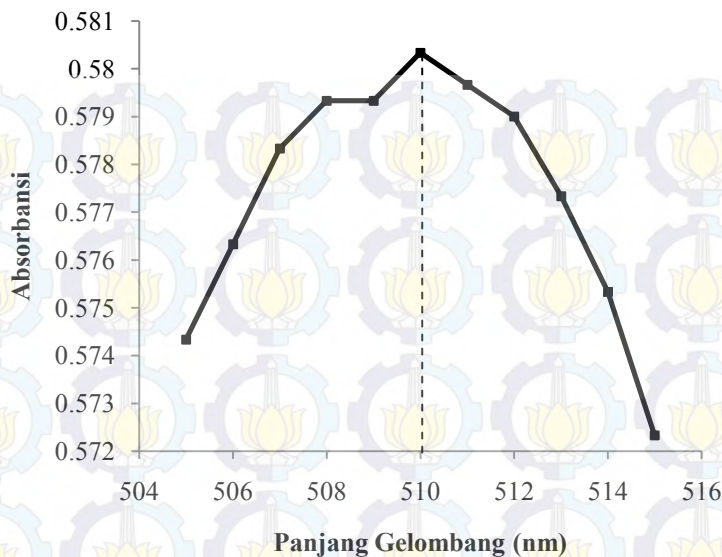
Panjang gelombang maksimum kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Penentuan panjang gelombang maksimum kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ merupakan langkah awal yang dilakukan pada penelitian ini. Panjang gelombang maksimum ditunjukkan oleh panjang gelombang yang memiliki absorbansi maksimal.

Larutan kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ memiliki kompleks merah jingga, sehingga kisaran panjang gelombang yang digunakan adalah 450-560 nm dengan interval 5 nm. Data absorbansi kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ dapat dilihat pada lampiran C. Kurva penentuan panjang gelombang maksimum kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ pada rentang panjang gelombang 450-560 nm dengan interval 5 nm ditunjukkan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Kurva Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ pada Rentang Panjang Gelombang 450-560 nm dengan Interval 5 nm

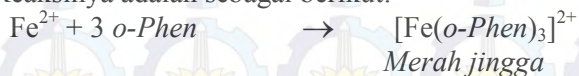
Kurva pada Gambar 4.1 menunjukkan bahwa absorbansi yang paling besar terdapat pada rentang panjang gelombang 505-515 nm. Sehingga pada panjang gelombang 505-515 nm dilakukan pengukuran panjang gelombang dengan interval 1 nm supaya panjang gelombang maksimum yang diperoleh lebih tepat. Data absorbansi yang diperoleh dapat dilihat pada lampiran C. Kurva penentuan panjang gelombang maksimum kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ pada rentang panjang gelombang 505-515 nm dengan interval 1 nm ditunjukkan pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Kurva Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ pada Rentang Panjang Gelombang 505-515 nm dengan Interval 1 nm

Kurva pada Gambar 4.2 menunjukkan bahwa absorpsi terbesar terdapat pada panjang gelombang 510 nm sehingga dapat dikatakan bahwa panjang gelombang maksimum kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ adalah 510 nm.

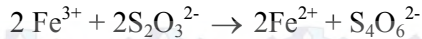
O-fenantrolin ($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2$) merupakan pengompleks yang dapat bereaksi dengan berbagai jenis logam untuk membuat kompleks yang berwarna. *O*-fenantrolin dapat membentuk kompleks kuat dengan besi(II) dan membentuk warna merah jingga. Reaksinya adalah sebagai berikut:



(Skoog dkk., 2002).

Namun pada kenyataannya besi(II) sangat mudah teroksidasi menjadi besi(III), sehingga larutan induk yang dibuat adalah larutan besi(III) yang kemudian direduksi menjadi besi(II)

menggunakan natrium tiosulfat (Hapsoro, 2011). Reaksi yang terjadi adalah:



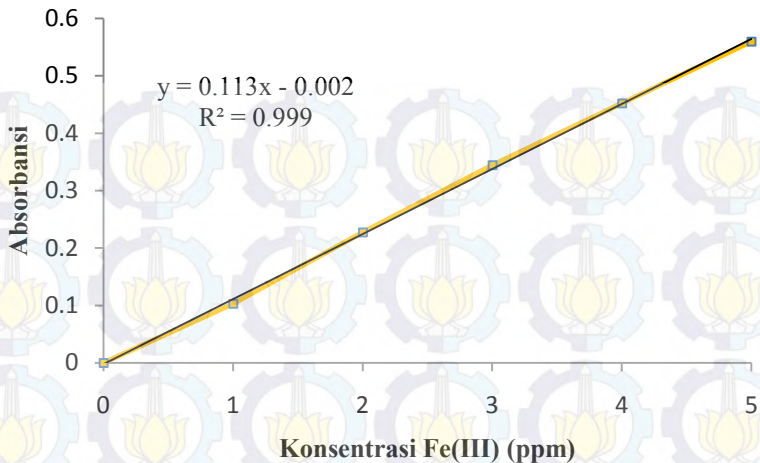
(Svehla, 1985).

Besi merupakan salah satu logam yang memiliki elektron yang tidak berpasangan dalam bentuk ionnya. Sedangkan *o*-fenantrolin merupakan nitrogen heterosiklik trisiklik yang memiliki pasangan elektron bebas (PEB) yang berasal dari nitrogennya. Proses pembentukan senyawa kompleks koordinasi adalah perpindahan satu atau lebih pasangan elektron bebas dari ligan ke ion logam. Ligan bertindak sebagai pemberi elektron bebas (basa lewis) yang pada penelitian ini adalah *o*-fenantrolin dan ion logam sebagai penerima elektron bebas (asam lewis) pada penelitian ini adalah besi(II).

Selanjutnya dilakukan pengukuran panjang gelombang maksimum dari kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ yang berwarna merah jingga dan didapatkan panjang gelombang maksimum adalah 510 nm. Panjang gelombang maksimum ini digunakan sebagai dasar untuk melakukan pengukuran selanjutnya.

4.2 Pembuatan Kurva Kalibrasi Kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$

Pembuatan kurva kalibrasi dilakukan dengan mengukur absorbansi larutan kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ pada panjang gelombang maksimum (dalam penelitian ini 510 nm). Larutan besi(III) yang digunakan yaitu dengan konsentrasi 0, 1, 2, 3, 4, dan 5 ppm. Sebelum dikomplekskan dengan *o*-fenantrolin, larutan besi(III) direduksi terlebih dahulu menggunakan natrium tiosulfat. Data absorbansi dapat dilihat pada lampiran C. Selanjutnya dibuat kurva kalibrasi dengan sumbu x adalah konsentrasi besi(III) (ppm) dan sumbu y adalah absorbansi.



Gambar 4.3 Kurva Kalibrasi $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ pada Panjang Gelombang Maksimum 510 nm

Kurva kalibrasi yang terbentuk memiliki persamaan regresi $y = 0,1136x - 0,0022$ dengan nilai $r = 0,9996$ dan $r^2 = 0,9993$ (dilihat pada lampiran D.2). Koefisien korelasi (r^2) sebesar 0,9993 menyatakan bahwa adanya korelasi yang erat antara konsentrasi dan absorbansi. Korelasi dinyatakan sempurna jika $0,9 < r^2 < 1$. Nilai $r = 0,9996$ menyatakan semua titik terletak pada garis lurus yang lerengnya positif karena nilai berada pada $-1 \leq r \leq 1$.

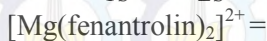
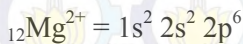
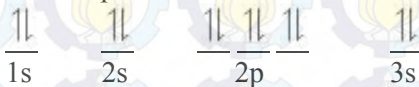
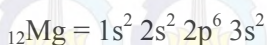
Berdasarkan persamaan regresi dari kurva kalibrasi tersebut, dilakukan uji-t yang bertujuan untuk menguji kelayakan kurva kalibrasi kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$. Uji-t ini dilakukan terhadap nilai-nilai koefisien regresi dengan $n = 6$ dan selang kepercayaan 95%. Karena $n = 6$, maka derajat kebebasan adalah 5 (derajat kebebasan = $n-1$). Hasil perhitungan pada lampiran D.3 didapatkan uji-t yaitu sebesar 84,482, sedangkan t_{tabel} 2,57. Sehingga t_{hitung} lebih besar daripada t_{tabel} . Nilai $t_{\text{hitung}} > t_{\text{tabel}}$ menunjukkan bahwa adanya hubungan antara konsentrasi larutan besi(III) dengan absorbansinya, sehingga persamaan regresi pada kurva kalibrasi dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi besi(II) dalam larutan cuplikan dan nilai koefisien korelasi berarti.

4.3 Pengaruh Ion Pengganggu Mg(II) Terhadap Analisa Besi(II) pada pH 4,5

Analisa besi dengan pengompleks *o*-fenantrolin dapat diganggu oleh beberapa ion lain misalnya perak, tembaga, kadmium, kobalt, krom, mangaan, nikel dll. Ion pengganggu ini sangat mudah mengganggu pada analisa besi dengan pengompleks *o*-fenantrolin karena *o*-fenantrolin tidak spesifik terhadap besi bivalen (Vydra dan Přibil, 1959). *O*-fenantrolin dapat membentuk kompleks dengan semua logam bivalen. Mg(II) merupakan logam bivalen, maka dari itu *o*-fenantrolin dapat membentuk kompleks dengan logam ini. Ketika ion Mg(II) direaksikan dengan *o*-fenantrolin, kompleks yang dihasilkan tidak berwarna. Tetapi ketika ion Mg(II) ditambahkan secara sengaja pada kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ terjadi penurunan intensitas warna kompleks dengan ditandai adanya penurunan absorbansi. Hal ini menandakan bahwa ion Mg(II) mengganggu pada analisa besi dengan pengompleks *o*-fenantrolin. Kemungkinan reaksi yang terjadi ketika ion Mg(II) dikomplekskan dengan *o*-fenantrolin adalah sebagai berikut:



Hibridisasi yang mungkin terjadi pada ion Magnesium adalah sebagai berikut:



Hibridisasi molekul belum dipelajari pada penelitian ini. Namun, dilihat dari kemungkinan hibridisasi kompleks $[\text{Mg}(\text{fenantrolin})_2]^{2+}$ seperti di atas adalah sp^3 , geometri molekul yang mungkin adalah tetrahedral.

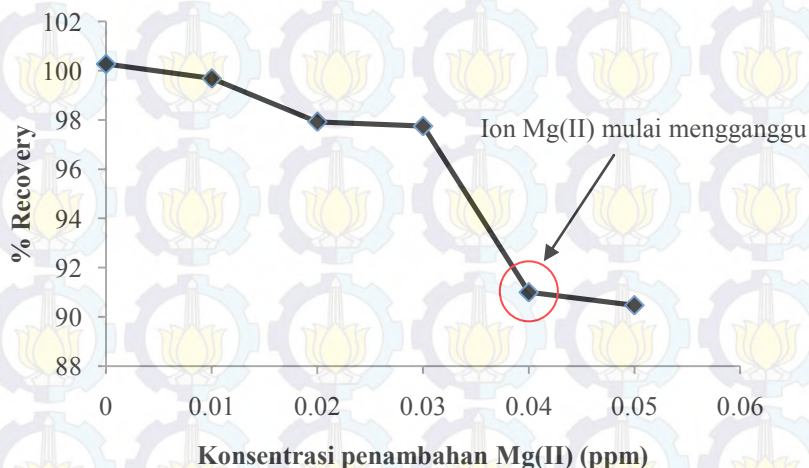
Gambar 4. 4 Kompleks $[\text{Mg}(\text{fenantrolin})_2]^{2+}$

Penelitian-penelitian sebelumnya pada pengaruh ion pengganggu diperoleh bahwa kompetisi yang terjadi pada ion pengganggu sebelumnya yaitu kompetisi antara ion pengganggu dan besi(II) untuk membentuk kompleks dengan *o*-fenantrolin. Hal ini ditandai dengan setiap penambahan ion pengganggu, akan menurunkan absorbansi. Dalam penelitian ini juga demikian, setiap penambahan konsentrasi ion magnesium(II), absorbansi pada kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ menurun. Akibatnya konsentrasi besi(II) juga menurun, sehingga % recovery besi(II) dalam kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ akan berkurang. Pengaruh penambahan ion magnesium(II) ditunjukkan dalam Tabel 4.1.

Tabel 4. 1 Pengaruh Penambahan Ion Magnesium(II)

$[\text{Mg}^{2+}](\text{ppm})$	Absorbansi	Besi(II) terukur (ppm)	% Recovery (%)
0,00	0,567	5,01	100,27
0,01	0,564	4,98	99,68
0,02	0,554	4,90	97,92
0,03	0,553	4,89	97,75
0,04	0,515	4,55	90,99
0,05	0,512	4,52	90,46

Data pada Tabel 4.1 dibuat kurva dengan sumbu x adalah konsentrasi penambahan ion Mg(II) dan sumbu y adalah absorbansi. Kurva tersebut ditunjukkan pada Gambar 4.4.

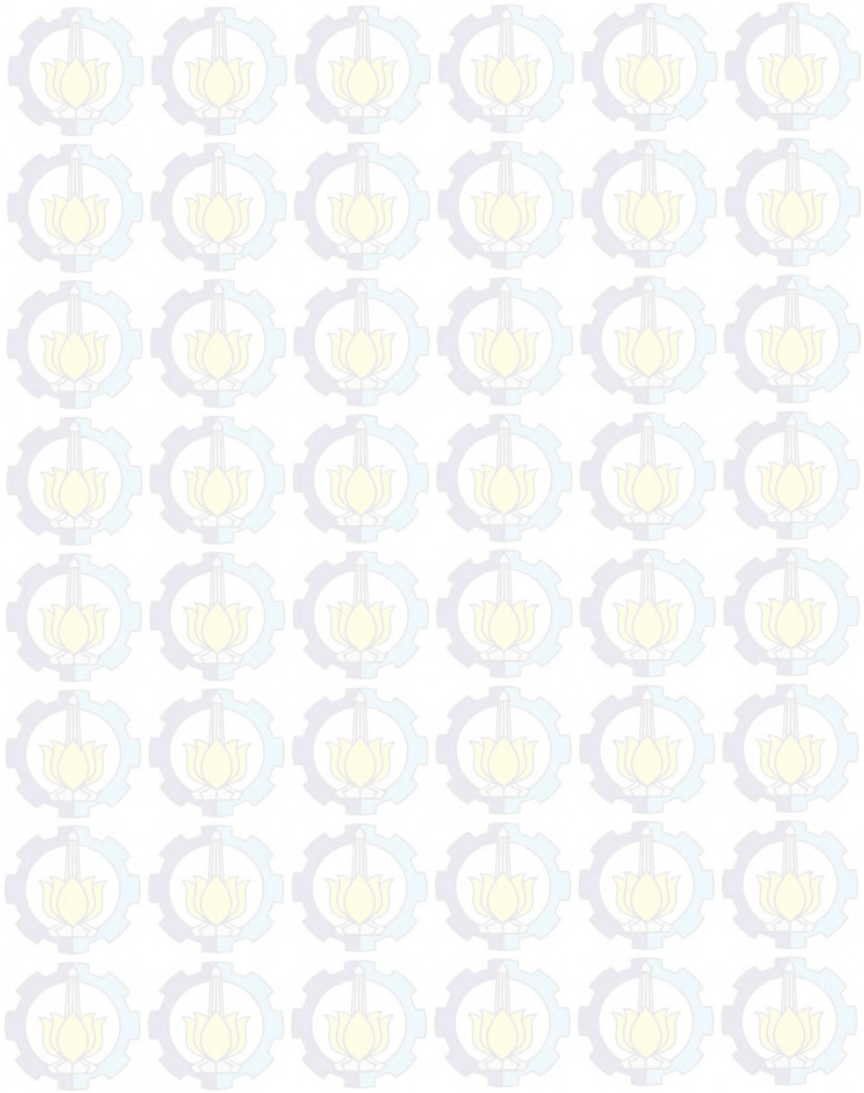
**Gambar 4. 5 Kurva Pengaruh Penambahan Ion Mg(II)**

Dari kurva yang ditunjukkan pada Gambar 4.4, dapat diketahui bahwa ion Magnesium(II) mulai mengganggu pada

konsentrasi 0,04 ppm dengan persen recovery 90,99% karena nilai % recovery yang diperbolehkan untuk cuplikan biologis dan bahan makanan yaitu $95\% \leq \% \text{ recovery} \leq 105\%$. Ketika ditambahkan ion magnesium(II) ke dalam kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$, absorbansi semakin menurun dengan bertambahnya konsentrasi ion magnesium(II). Jika absorbansi menurun, maka dapat dipastikan intensitas warna kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ juga menurun. Ion Mg(II) dapat mengganggu analisa besi dengan pengompleks *o*-fenantrolin karena kereaktifan $\text{Mg(II)} > \text{Fe(II)}$ dalam mengikat *o*-fenantrolin. Hal ini dapat dilihat dari urutan pada deret volta dimana logam Mg lebih sebelah kiri dari logam Fe. Semakin ke kiri kedudukan suatu logam dalam deret volta menandakan bahwa logam semakin reaktif yaitu logam tersebut semakin mudah melepas elektron, akibatnya logam Mg lebih mudah mengalami oksidasi dibandingkan dengan logam Fe.

Data yang dipergunakan untuk memperkuat hasil adalah relative standar deviasi (RSD) dan koefisien variasi (CV). Pada konsentrasi 0,04 ppm didapatkan RSD sebesar 2,24 ppt dan CV sebesar 0,224%. Menurut Miller (1991), RSD dan CV dikatakan selektif jika nilai RSD dibawah 20 ppt dan nilai CV dibawah 2%. Maka dapat dikatakan bahwa data yang didapatkan baik, sehingga dapat digunakan untuk penelitian selanjutnya.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”



BAB V

KESIMPULAN

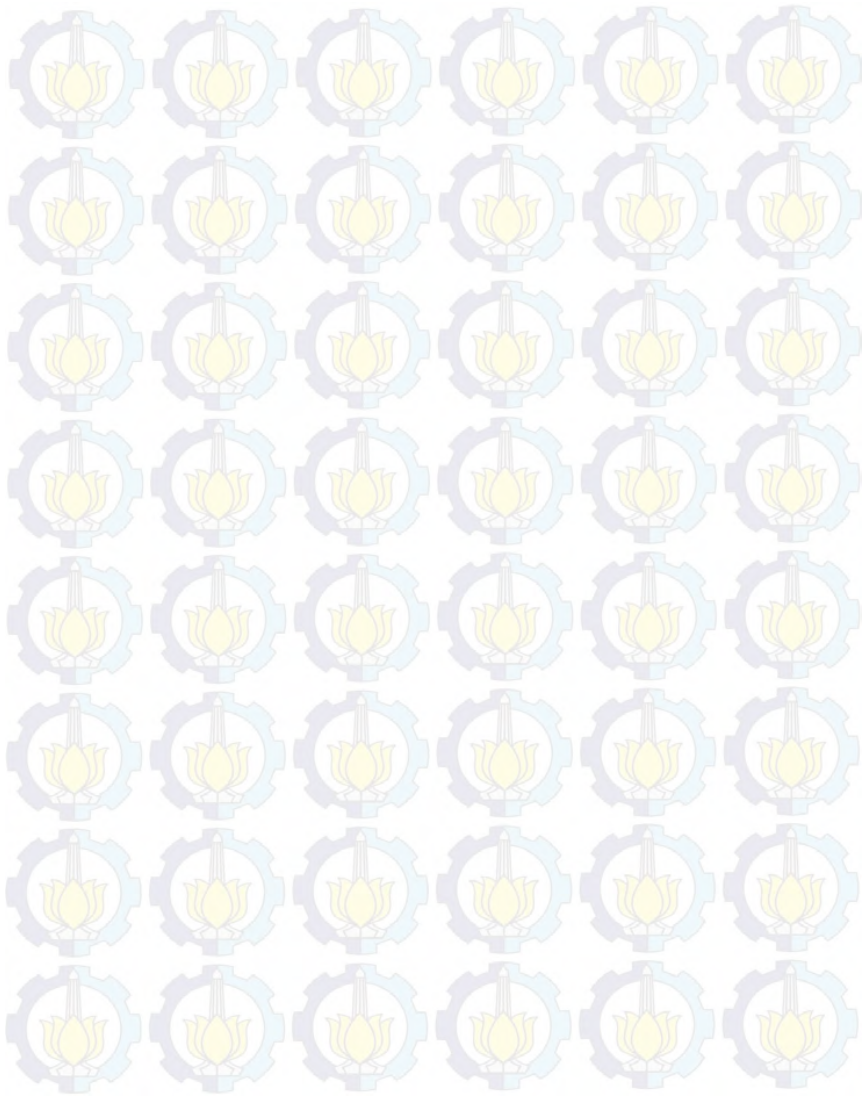
5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa analisa besi dengan pengompleks *o*-fenantrolin dan pereduksi natrium tiosulfat pada kondisi pH 4,5 menggunakan spektrofotometer UV-Vis dapat membentuk kompleks berwarna merah jingga yang menyerap sinar pada panjang gelombang 510 nm. Analisa besi ini dapat diganggu oleh ion Magnesium(II). Ion magnesium(II) mengganggu dengan menurunkan intensitas warna sehingga absorbansi juga menurun. Konsentrasi ion magnesium(II) mulai mengganggu pada 0,04 ppm dengan persen recovery sebesar 90,99%. Relatif Standar Deviasi (RSD) yang didapat sebesar 2,24 ppt dan Koefisien Variasi (CV) sebesar 0,224%.

5.2 Saran

Penelitian ini hanya dilakukan untuk mengetahui pengaruh ion pengganggu magnesium(II) pada analisa besi(II) menggunakan pengompleks fenantrolin. Untuk selanjutnya disarankan menggunakan ion-ion pengganggu lain untuk mengetahui pengaruh ion pengganggu pada analisa besi(III) dan pengompleksnya.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”



DAFTAR PUSTAKA

Alaerts G. and Santika S. S. (1987) *Metoda Penelitian Air.*, Usaha Nasional, Surabaya.

Amin A. S. and Gouda A. A. (2008) Utility of solid-phase spectrophotometry for determination of dissolved iron(II) and iron(III) using 2,3-dichloro-6-(3-carboxy-2-hydroxy-1-naphthylazo)quinoxaline. *Talanta* **76**, 1241–1245.

Anggraeny D. (2005) Pengaruh Cu(II) dalam Penentuan Fe pada pH 4,5 dan pH 8,0 dengan Pengompleks Orthofenantrolin secara Spektrofotometri UV-Vis. Thesis, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

Anwar A. P. (2009) Studi Gangguan Co Pada Analisa Besi Dengan Pengompleks 1,10-Fenantrolin Pada pH 4,5 Secara Spektrofotometri UV-Vis. Thesis, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

Basset J. D., Jeffrey G. H. and Mendham J. (1991) *Vogel's Textbook of Quantitative Inorganic.*, Longman Group UK Limited, London.

Burgess C. (2000) *Valid Analytical Methods and Procedures.*, The Royal Society of Chemistry, UK.

Cotton F. A. and Wilkinson G. (1989) *Kimia Anorganik Dasar.*, UI-Press, Jakarta.

Dianawati S. (2013) Studi Gangguan Ag(I) dalam Analisa Besi dengan Pengompleks 1,10-fenantrolin pada pH 4,5 secara Spektrofotometri UV-Vis. Thesis, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

- Dinararum R. R. (2013) Studi Gangguan Krom (III) pada Analisa Besi dengan Pengompleks 1,10-fenantrolin pada pH 4,5 secara Spektrofotometri UV-Tampak. Thesis, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Eriko (2007) Studi Perbandingan Penambahan Agen Penopeng Tartrat dan EDTA dalam Penentuan Kadar Besi Pada pH 4,5 dengan Pengompleks Orto-Fenantrolin secara Spektrofotometri UV-Vis. Thesis, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Harjadi W. (1986) *Ilmu Kimia Analitik Dasar.*, PT. Gramedia Pustaka Utama, Jakarta.
- Harvey D. (2000) *Modern Analytical Chemistry.*, Mc. Graw Hill, New York.
- Khopkar S. M. (1990) *Konsep Kimia Analitik.*, UI-Press, Jakarta.
- Lazic D., Jelena B. S., Penavin-Skundric, Vasiljevic L., Blagojevic D. and Obrenovic Z. (2010) Stability of Tris-1,10-Phenanthroline Iron(II) Complex in Different Composites. *Chem. Ind. Chem. Eng. Q.* 16 **2**, 193–198.
- Malik A. K. and Rao A. L. J. (1997) Spectrophotometric determination of iron(III) dimethyldithiocarbamate (ferbam). *Talanta* **44**, 177–183.
- Malik A. K. and Rao A. L. J. (1991) Spectrophotometric determination of ziram, ferbam and zineb with diphenylcarbazone. *Talanta* **38**, 941–944.
- Miller J. C. and Miller J. N. (1991) *Statistik untuk Kimia Analitik.* edisi kedua., Penerbit ITB, Bandung.
- Mulja (1998) *Validasi Metode Analisa Instrumentasi.*, Airlangga-press, Surabaya.

Othmer K. (1978) *Encyclopedia of Chemical Technology*. Third.Edition, John Willey and Sons Inc, New York.

Pritasari A. A. (2009) Studi Gangguan Ion Mn pada Analisa Besi Menggunakan Pengompleks 1,10-fenantrolin pada pH 4,5 secara Spektrofotometri UV-Vis. Thesis, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

Rivai H. (1995) *Asas Pemeriksaan Kimia*., UI-Press, Jakarta.

Sandell E. B. (1959) *Colorimetric Determination Trace of Metal*. Third., Inter Science Publisher Inc, New York.

Sastrohamidjojo H. (1991) *Spektroskopi*., Liberty, Yogyakarta.

Silberberg M. (2011) *Chemistry: The Molecular Nature of Matter and Change*., Mc. Graw Hill, New York.

Skoog D. A., West D. M. and Crouch S. R. (2002) *Analytical Chemistry: An Introduction*. Seventh Edition., Mc. Graw Hill, New York.

Subiyakto M. G. (2001) *Kimia dan Fotografi Hitam Putih*., Harian Kompas, Jakarta.

Sugiarto K. H. and Suyanti R. D. (2010) *Kimia Anorganik Logam*., Graha Ilmu, Yogyakarta.

Sukardjo P. D. (1992) *Kimia Koordinasi*., PT. Rineka Cipta, Jakarta.

Svehla G. (1979) *Vogel's Textbook of Macro and Semimicro Qualitative Inorganic Analysis*. Fifth Edition., Longman Inc, New York.

Tesfaldet Z. O., van Staden J. F. and Stefan R. I. (2004) Sequential injection spectrophotometric determination of

iron as Fe(II) in multi-vitamin preparations using 1,10-phenanthroline as complexing agent. *12th Int. Conf. Flow Inject. Anal. ICFA-12* **64**, 1189–1195.

Underwood A. L. (1990) *Analisa Kimia Kuantitatif*. 4th ed., Erlangga, Jakarta.

Vydra F. and Přibil R. (1959) Utilization of ternary and ion-association complexes in chemical analysis—I: Selective extraction and colorimetric determination of traces of iron as —ferroin iodide.” *Talanta* **3**, 72–80.

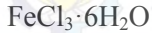
Winarno F. G. (1997) *Kimia Pangan dan Gizi*., PT. Gramedia Pustaka Utama, Jakarta.

Wiryawan A. (2008) *Kimia Analitik*., Direktorat Jenderal Manajemen Pendidikan Dasar dan Menengah, Jakarta.

Wulandari D. A. (2009) Studi Gangguan Nikel pada Analisa Besi dengan Pengompleks 1,10-fenantrolin pada pH 4,5 secara Spektrofotometri UV-Vis. Thesis, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

LAMPIRAN A SKEMA KERJA

A.1 Pembuatan Larutan Standar Besi (III) 100 ppm



- ditimbang sebanyak 0,0483 gram
- dimasukkan ke dalam gelas beker yang berisi sedikit aqua DM
- dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL
- ↓ diencerkan dengan aqua DM hingga volume 100 mL

Larutan Standar Fe(III) 100 ppm

A.2 Pembuatan Larutan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm



- ditimbang sebanyak 0,0157 gram
- dimasukkan ke dalam gelas beker yang berisi sedikit aqua DM
- dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL
- ↓ - dencerkan dengan aqua DM hingga volume 100 mL

Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm

A.3 Pembuatan Larutan *O*-fenantrolin 1000 ppm

O-fenantrolin

- ditimbang sebanyak 0,1000 gram
- dimasukkan ke dalam gelas beker yang berisi sedikit aqua DM
- dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL
- ↓ - diencerkan dengan aqua DM hingga volume 100 mL

Larutan *o*-fenantrolin 1000 ppm

A.4 Pembuatan Larutan Buffer Asetat pH 4,5

CH_3COONa anhidrat

- ditimbang sebanyak 3,9374 gram
- dimasukkan ke dalam gelas beker
- ditambah 5 mL CH_3COOH ($K_a=1,75 \times 10^{-5}$)
- dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL
- dilarutkan dengan aqua DM hingga volume 50 mL

Larutan Buffer Asetat pH 4,5

A.5 Pembuatan Larutan Mg (II) 100 ppm

$\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

- ditimbang sebanyak 0,0836 gram
- dimasukkan ke dalam gelas beker yang berisi sedikit aqua DM
- dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL
- diencerkan dengan aqua DM hingga volume 100 mL

Larutan Mg(II) 100 ppm

A.6 Penentuan Panjang Gelombang (λ) Maksimum

Larutan Standar Fe(III) 100 ppm

- diambil sebanyak 0,5 mL
- dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL
- ditambahkan 1,1 mL larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm
- ditambahkan 1,5 mL *o*-fenantrolin 1000 ppm
- ditambahkan 1,5 mL larutan buffer asetat pH 4,5
- ditambahkan 5 mL aseton
- ditambah aqua DM hingga volume larutan 10 mL
- dikocok lalu didiamkan selama 30 menit
- diukur absorbansi pada $\lambda=450\text{-}560$ nm
- dibuat kurva antara absorbansi terhadap panjang gelombang

λ maksimum larutan $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$

A.7 Pembuatan Kurva Kalibrasi

Larutan Standar Fe(III) 100 ppm

- diambil sebanyak 0,1 mL ^a
- dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL
- ditambahkan 1,1 mL larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm
- ditambahkan 1,5 mL *o*-fenantrolin 1000 ppm
- ditambahkan 1,5 mL larutan buffer asetat pH 4,5
- ditambahkan 5 mL aseton
- dikocok lalu didiamkan selama 30 menit
- diukur absorbansi pada $\lambda_{\text{maks}} = 510$ nm
- dibuat kurva antara absorbansi terhadap konsentrasi larutan standar Fe (III) 100 ppm

Kurva kalibrasi

^a Prosedur yang sama juga dilakukan pada volume 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 mL larutan Fe(III) 100 ppm

A.8 Pengaruh Ion Mg(II) pada pH 4

Larutan Standar Fe(III) 100 ppm

- diambil sebanyak 0,5 mL
- dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL
- ditambahkan 1,1 mL larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm
- ditambahkan 0,00 mL larutan Mg(II) 100 ppm ^a
- ditambahkan 1,5 mL *o*-fenantrolin 1000 ppm
- ditambahkan 1,5 mL larutan buffer asetat pH 4,5
- ditambahkan 5 mL aseton
- ditambah aqua DM hingga volume larutan 10 mL
- dikocok lalu didiamkan selama 30 menit
- diukur absorbansi pada $\lambda_{\text{maks}} = 510 \text{ nm}$

% recovery

^a Prosedur yang sama juga dilakukan pada 0,01; 0,02; 0,03; 0,04 dan 0,05 mL larutan Mg(II) 100 ppm

LAMPIRAN B

PERHITUNGAN PEMBUATAN LARUTAN

B.1 Pembuatan Larutan Besi(III) 100 ppm

Perhitungan untuk pembuatan larutan standar besi adalah:

$$\begin{aligned} 100 \text{ ppm} &= 100 \text{ mg / L} \\ &= 100 \text{ mg / 1000 mL} \\ &= 10 \text{ mg / 100 mL} \end{aligned}$$

Banyaknya $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang dibutuhkan sebagai berikut:

$$\begin{aligned} \frac{\text{Ar Fe}}{\text{Mr FeCl}_3} &= \frac{\text{Massa Fe}}{\text{Massa FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} \\ \frac{56 \text{ gram/mol}}{270,5 \text{ gram/mol}} &= \frac{10 \text{ mg}}{x \text{ FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} \\ x &= 48,304 \text{ mg} \\ x &= 0,0483 \text{ gram} \end{aligned}$$

Jadi, banyak $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang dilarutkan adalah 0,0483 gram dalam 100 mL larutan untuk mendapatkan konsentrasi Fe 100 ppm.

B.2 Pembuatan Larutan Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) 100 ppm

Perhitungan untuk pembuatan larutan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ adalah:

a) $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm

$$\begin{aligned} 100 \text{ ppm} &= 100 \text{ mg / L} \\ &= 100 \text{ mg / 1000 mL} \\ &= 10 \text{ mg / 100 mL} \end{aligned}$$

Banyaknya $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ yang dibutuhkan sebagai berikut:

$$\frac{\text{Ar Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}{\text{Mr Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} = \frac{\text{Massa Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}{\text{Mr Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}$$

$$\frac{158 \text{ gram/mol}}{248 \text{ gram/mol}} = \frac{10 \text{ mg}}{x \text{ gram Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}$$

$$x = 15,6962 \text{ mg}$$

$$x = 0,0157 \text{ gram}$$

Jadi, banyak $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ yang dilarutkan adalah 0,0157 gram dalam 100 mL larutan untuk mendapatkan konsentrasi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm.

b) $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 11 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$100 \text{ ppm} \times V_1 = 11 \text{ ppm} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 1,1 \text{ mL}$$

B.3 Pembuatan Larutan *O*-fenantrolin 1000 ppm

Perhitungan untuk pembuatan larutan pengompleks *o*-fenantrolin 1000 ppm adalah:

$$1000 \text{ ppm} = 1000 \text{ mg / L}$$

$$= 1000 \text{ mg / 1000 mL}$$

$$= 100 \text{ mg / 100 mL}$$

$$= 0,1000 \text{ gram / 100 mL}$$

Jadi, banyak *o*-fenantrolin yang dilarutkan adalah 0,1000 gram dalam 100 mL larutan untuk mendapatkan konsentrasi *o*-fenantrolin 1000 ppm.

B.4 Pembuatan Larutan Buffer Asetat pH 4,5

$$100\% \text{ CH}_3\text{COOH} = 100 / 100 \times \rho \text{ CH}_3\text{COOH}$$

$$= 100 / 100 \times 1,049 \text{ kg/L}$$

$$= 1,049 \text{ kg/L}$$

$$= 1049 \text{ gram/L}$$

Apabila dikonversikan dalam molaritas CH_3COOH :

$$[\text{CH}_3\text{COOH}] = \frac{1049 \text{ gram/L}}{60,0520 \text{ gram/mol}}$$

$$= 17,4682 \text{ mol/L}$$

$$= 17,4682 \text{ M}$$

Dalam 50 mL larutan, molaritas CH_3COOH menjadi :

$$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$$

$$5 \text{ mL} \times 17,468 \text{ M} = 50 \text{ mL} \times C_2$$

$$C_2 = 1,747 \text{ M}$$

$$n \text{ CH}_3\text{COOH} = [\text{CH}_3\text{COOH}] \times L$$

$$= 1,747 \text{ mol/L} \times 0,05 \text{ L}$$

$$= 0,087 \text{ mol}$$

Banyaknya garam CH_3CONa yang dibutuhkan untuk membuat larutan buffer pH 4,5 adalah:

$$[\text{H}^+] = K_a (n_{\text{asam}} / n_{\text{garam}})$$

$$10^{-4,5} = (1,75 \times 10^{-5}) (0,087 / n_{\text{garam}})$$

$$n_{\text{garam}} = 0,048 \text{ mol CH}_3\text{COONa}$$

$$\text{Massa CH}_3\text{COONa anhidrat} = M_r \times n \text{ CH}_3\text{COONa}$$

$$= 82,03 \text{ gram/mol} \times 0,048 \text{ mol}$$

$$= 3,9374 \text{ gram CH}_3\text{COONa}$$

Jadi, banyak garam CH_3COONa anhidrat yang dilarutkan dalam 50 mL larutan asam asetat untuk membuat larutan buffer pH 4,5 adalah 3,9374 gram

B.5 Pembuatan Larutan Mg(II) 100 ppm

Perhitungan untuk pembuatan larutan stok Mg(II) adalah:

$$\begin{aligned} 100 \text{ ppm} &= 100 \text{ mg / L} \\ &= 100 \text{ mg / 1000 mL} \\ &= 10 \text{ mg / 100 mL} \end{aligned}$$

Banyaknya $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang dibutuhkan sebagai berikut :

$$\begin{aligned} \frac{\text{Ar Mg}}{\text{Mr MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} &= \frac{\text{Massa Mg}}{\text{Massa MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} \\ \frac{24,31 \text{ gram/mol}}{203,31 \text{ gram/mol}} &= \frac{10 \text{ mg}}{x \text{ gram MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} \\ x &= 83,6322 \text{ mg} \\ x &= 0,0836 \text{ gram} \end{aligned}$$

Jadi, banyak $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang dilarutkan adalah 0,0836 gram dalam 100 mL larutan untuk mendapatkan konsentrasi Mg(II) 100 ppm.

LAMPIRAN C

DATA HASIL PENELITIAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, didapatkan data absorbansi panjang gelombang maksimum larutan $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$, kurva kalibrasi dan pengaruh ion pengganggu.

C.1 Hasil Absorbansi Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Data absorbansi penentuan panjang gelombang maksimum larutan $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ ditunjukkan pada Tabel C.1.1 dan C.1.2.

Tabel C.1 Absorbansi penentuan panjang gelombang maksimum larutan kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ antara 450-560 nm dengan interval 5 nm

λ (nm)	A ₁	A ₂	A ₃	A _{rata-rata}
450	0,436	0,435	0,411	0,427
455	0,448	0,449	0,425	0,441
460	0,464	0,467	0,444	0,458
465	0,483	0,487	0,464	0,478
470	0,501	0,507	0,484	0,497
475	0,516	0,522	0,500	0,513
480	0,524	0,531	0,509	0,521
485	0,528	0,536	0,513	0,526
490	0,532	0,541	0,518	0,530
495	0,539	0,548	0,525	0,537
500	0,547	0,557	0,535	0,546
505	0,557	0,567	0,546	0,557
510	0,562	0,573	0,552	0,562

515	0,554	0,565	0,545	0,555
520	0,530	0,540	0,521	0,530
525	0,488	0,495	0,478	0,487
530	0,435	0,44	0,424	0,433
535	0,373	0,373	0,359	0,368
540	0,308	0,303	0,291	0,301
545	0,249	0,240	0,230	0,240
550	0,197	0,187	0,176	0,187
555	0,156	0,142	0,134	0,144
560	0,125	0,109	0,102	0,112

Tabel C.2 Absorbansi penentuan panjang gelombang maksimum larutan $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ antara 505-515 nm dengan interval 1 nm.

λ (nm)	A_1	A_2	A_3	$A_{\text{rata-rata}}$
505	0,586	0,562	0,575	0,574
506	0,588	0,564	0,577	0,576
507	0,59	0,566	0,579	0,578
508	0,591	0,567	0,58	0,579
509	0,591	0,567	0,58	0,579
510	0,592	0,568	0,581	0,580
511	0,591	0,568	0,580	0,579
512	0,591	0,567	0,579	0,579
513	0,589	0,565	0,578	0,577
514	0,587	0,563	0,576	0,575
515	0,584	0,56	0,573	0,572

C.2 Hasil Absorbansi Kurva Kalibrasi

Data absorbansi kurva kalibrasi larutan $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ ditunjukkan oleh Tabel C.2

Tabel C.3 Absorbansi kurva kalibrasi larutan $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$

$[\text{Fe}^{3+}]$ (ppm)	A_1	A_2	A_3	$A_{\text{rata-rata}}$
0	0,000	0,000	0,000	0,000
1	0,101	0,103	0,105	0,103
2	0,227	0,227	0,228	0,227
3	0,343	0,348	0,343	0,345
4	0,443	0,477	0,447	0,456
5	0,556	0,556	0,568	0,560

C.3 Hasil Absorbansi Pengaruh Ion Pengganggu Mg(II)

Data absorbansi akibat pengaruh ion pengganggu Mg(II) terhadap kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ ditunjukkan oleh Tabel C.4.

Tabel C.4 Absorbansi pengaruh ion pengganggu Mg(II) larutan $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$

$[\text{Mg}^{2+}]$ (ppm)	A_1	A_2	A_3	$A_{\text{rata-rata}}$
0,00	0,566	0,571	0,565	0,567
0,01	0,564	0,565	0,563	0,564
0,02	0,555	0,553	0,555	0,554
0,03	0,552	0,553	0,554	0,553
0,04	0,514	0,514	0,516	0,515
0,05	0,512	0,512	0,511	0,512

LAMPIRAN D PERHITUNGAN STATISTIKA

D.1 Perhitungan Persamaan Regresi Linear Kurva Kalibrasi

Berdasarkan hukum Lambert-Beer yang menyatakan bahwa:

$$A = \varepsilon \cdot b \cdot c$$

Keterangan:

A adalah Absorbansi

ε adalah tetapan absorbtivitas molar (apabila c dalam mol/liter)

b adalah tebal medium penyerap dengan satuan cm

c adalah konsentrasi besi (II) dengan satuan ppm

Jika absorbansi (A) sebagai sumbu x dan konsentrasi besi(II) sebagai sumbu y pada kurva larutan standar besi, maka:

$$B = \frac{n(\sum x \cdot y) - \sum x \cdot \sum y}{n\sum x^2 - (\sum x)^2}$$

$$A = \frac{\sum y - B\sum x}{n}$$

Tabel D.1 Perhitungan persamaan regresi linear kurva kalibrasi

Konsentrasi Fe(III) (ppm) (x)	Absorbansi (y)	x^2	$x \cdot y$
0,0000	0,0000	0,0000	0
1,0000	0,1030	1,0000	0,103
2,0000	0,2273	4,0000	0,4546
3,0000	0,3447	9,0000	1,0341
4,0000	0,4557	16,0000	1,8228
5,0000	0,5600	25,0000	2,8
$\sum x = 15,0000$	$\sum y = 1,6907$	$\sum x^2 = 55$	$\sum x \cdot y = 6,2145$

$$B = \frac{n(\sum x \cdot y) - \sum x \cdot \sum y}{n\sum x^2 - (\sum x)^2}$$

$$= \frac{(6 \times 6,2145) - (15 \times 1,6907)}{(6 \times 55) - (15)^2}$$

$$= 0,1136$$

$$A = \frac{\Sigma y - B \Sigma x}{n}$$

$$= \frac{1,6907 - (0,1136 \times 15)}{6}$$

$$= -0,0022$$

Persamaan regresi linear kurva kalibrasi larutan standar besi :

$$y = Bx + A$$

$$y = 0,1136x - 0,0022$$

D.2 Perhitungan Koefisien Korelasi Kurva Kalibrasi

Koefisien Korelasi (r) digunakan untuk memakai seberapa baik kumpulan titik percobaan sesuai dengan garis lurus. Nilai r dihitung dengan memakai persamaan:

$$r = \frac{\Sigma(x - \bar{x})(y - \bar{y})}{\sqrt{\Sigma(x - \bar{x})^2 \Sigma(y - \bar{y})^2}}$$

Keterangan:

r adalah koefisien korelasi

y adalah absorbansi

\bar{x} adalah rata-rata konsentrasi besi (II)

\bar{y} adalah rata-rata absorbansi

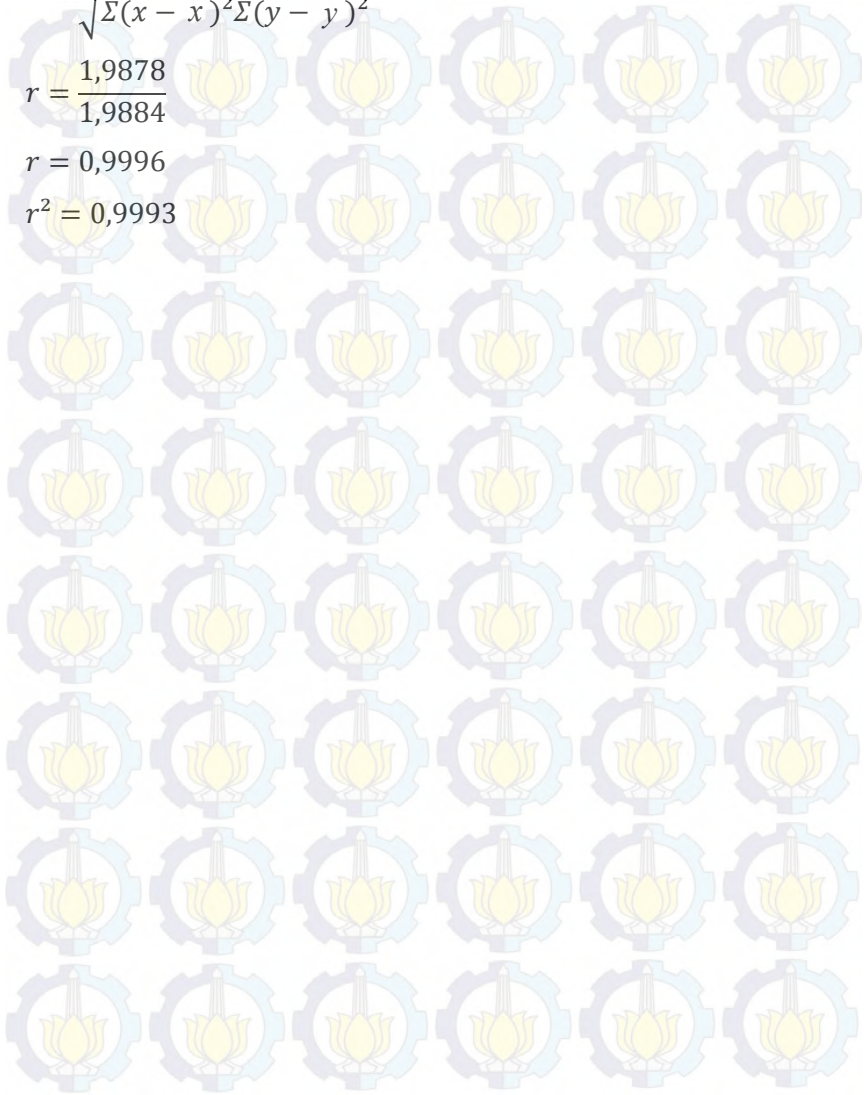
Perhitungan koefisien kurva kalibrasi berdasarkan data hasil percobaan sebagai berikut:

$$r = \frac{\Sigma(x - \bar{x})(y - \bar{y})}{\sqrt{\Sigma(x - \bar{x})^2 \Sigma(y - \bar{y})^2}}$$

$$r = \frac{1,9878}{1,9884}$$

$$r = 0,9996$$

$$r^2 = 0,9993$$



Tabel D. 2 Perhitungan Koefisien Korelasi Kurva Kalibrasi

x	y	(y-\bar{y})	(x-\bar{x})	(x-\bar{x}) · (y-\bar{y})	(x-\bar{x})²	(y-\bar{y})²
0,0000	0,0000	-0,2818	-2,5	0,7045	6,25	0,0794
1,0000	0,1030	-0,1788	-1,5	0,2682	2,25	0,0319
2,0000	0,2273	-0,0545	-0,5	0,0272	0,25	0,0029
3,0000	0,3447	0,0629	0,5	0,0315	0,25	0,0039
4,0000	0,4557	0,1739	1,5	0,2609	2,25	0,0302
5,0000	0,5600	0,2782	2,5	0,6955	6,25	0,0774
$\bar{x}=2,5000$	$\bar{y}=0,2818$			$\Sigma=1,9878$	$\Sigma=1,7500$	$\Sigma=0,2259$

D.3 Perhitungan Uji-t Terhadap Kurva Kalibrasi

Uji t (uji keberartian) digunakan untuk mengetahui keberartian koefisien korelasi. Uji t dihitung dengan persamaan:

$$t = |r| \frac{\sqrt{(n-1)}}{\sqrt{(1-r^2)}}$$

dimana:

H_0 = tidak ada korelasi antara absorbansi (y) dengan konsentrasi (x)

H_1 = ada korelasi antara absorbansi (y) dengan konsentrasi (x)

Dengan nilai $r = 0,9996$ dan $r^2 = 0,9993$

$$t = |0,9996| \frac{\sqrt{(6-1)}}{\sqrt{(1-0,9993)}} = 84,482$$

Sehingga nilai t_{hitung} di atas dibandingkan dengan nilai t_{tabel} dari nilai kritik sebaran t yaitu 2,78 untuk selang kepercayaan 95% dengan derajat kebebasan (n-2). Karena nilai t_{hitung} lebih besar daripada t_{tabel} , maka H_0 ditolak dan dapat disimpulkan bahwa ada korelasi antara absorbansi dengan konsentrasi.

D.4 Perhitungan Konsentrasi % Recovery

Pada D.1 diketahui persamaan regresi linier kurva kalibrasi kompleks $[Fe(fenantrolin)_3]^{2+}$ adalah $y = 0,1136x - 0,0022$. Dari persamaan regresi ini dapat digunakan untuk menghitung konsentrasi besi(II) setelah penambahan ion pengganggu Mg(II). Konsentrasi besi(II) dapat dihitung dengan cara memasukkan nilai absorbansi (y) dan konsentrasi besi (x).

$$y = 0,1136x - 0,0022$$

$$x = \frac{y + 0,0022}{0,1136}$$

Misalnya pada penambahan 0,01 ppm Mg(II) pada kompleks $[Fe(fenantrolin)_3]^{2+}$ dengan konsentrasi besi(III) 5 ppm adalah:

$$x = \frac{0,564 + 0,0022}{0,1136}$$

$$x = 4,98 \text{ ppm}$$

$$\% \text{recovery} = \frac{\text{Konsentrasi Fe yang terukur}}{\text{Konsentrasi Fe mula - mula}} \times 100\%$$

$$x = \frac{4,98}{5} \times 100\%$$

$$x = 99,74 \%$$

Tabel D.3 Data Persen (%) Recovery Kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ dengan Penambahan ion Magnesium(II)

Konsentrasi Mg(II) (ppm)	Konsentrasi Fe mula-mula (ppm)	Konsentrasi Fe terukur (ppm)	Persen Recovery (%)
0,00	5,00	5,01	100,27 %
0,01	5,00	4,98	99,68 %
0,02	5,00	4,90	97,92 %
0,03	5,00	4,89	97,74 %
0,04	5,00	4,55	90,99 %
0,05	5,00	4,52	90,47 %

D.5 Perhitungan Standar Deviasi (S), Relatif Standar Deviasi (RSD), dan Koefisien Variatif (CV)

Sebagai contoh adalah perhitungan pada penambahan magnesium(II) 0,01 ppm:

Tabel D.4 Perhitungan Absorbsi Kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ dengan Penambahan Ion Magnesium(II) 0,01 ppm

X	$(x - \bar{x})$	$(x - \bar{x})^2$
0,564	0	0
0,565	1×10^{-3}	1×10^{-6}
0,563	-1×10^{-3}	1×10^{-6}
$\bar{x} = 0,564$		$\Sigma = 2 \times 10^{-6}$

Standar Deviasi yang diperoleh adalah:

$$S = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

$$S = \sqrt{\frac{2 \times 10^{-6}}{2}}$$

$$S = 0,7071 \times 10^{-3}$$

Dari perhitungan rata-rata dan standar deviasi, maka dapat diperoleh nilai RSD sebagai berikut:

$$RSD = \frac{S}{\bar{x}} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = \frac{0,7071 \times 10^{-3}}{0,564} \times 1000 \text{ ppt}$$

$$RSD = 1,2464 \text{ ppt}$$

Dan nilai CV adalah sebesar:

$$CV = \frac{S}{\bar{x}} \times 100\%$$

$$CV = \frac{0,7071 \times 10^{-3}}{0,564} \times 100\%$$

$$CV = 0,125\%$$

Tabel D. 5 Hasil Perhitungan Nilai RSD dan CV

[Mg(II)](ppm)	Absorbansi	Absorbansi Rata-rata	RSD (ppt)	CV (%)
0,00	0,566	0,5673	5,67	0,567
	0,571			
	0,565			
0,01	0,564	0,564	1,77	0,177
	0,565			

	0,563			
0,02	0,555 0,553 0,554	0,554	1,80	0,180
0,03	0,552 0,553 0,554	0,553	1,81	0,181
0,04	0,514 0,514 0,516	0,5147	2,24	0,224
0,05	0,512 0,512 0,511	0,5117	1,12	0,112

LAMPIRAN E

STATISTIK NILAI SEBARAN-t

Tabel E. 1 Statistik Nilai Sebaran-t

Nilai t untuk selang kepercayaan	90%	95%	98%	99%
Nilai gawat $ t $ untuk nilai P	0,10	0,05	0,02	0,01
Banyaknya derajat kebebasan				
1	6,31	12,71	31,82	63,66
2	2,92	4,30	6,96	9,92
3	2,35	3,18	4,54	5,84
4	2,13	2,78	3,75	4,60
5	2,02	2,57	3,36	4,03
6	1,94	2,45	3,14	3,71
7	1,89	2,36	3,00	3,50
8	1,86	2,31	2,90	3,36
9	1,83	2,26	2,82	3,25
10	1,81	2,23	2,76	3,17
12	1,78	2,18	2,68	3,05
14	1,76	2,14	2,62	2,98
16	1,75	2,12	2,58	2,92
18	1,73	2,10	2,55	2,88
20	1,72	2,09	2,53	2,85
30	1,70	2,04	2,46	2,75
50	1,68	2,01	2,40	2,68
∞	1,64	1,96	2,33	2,58

BIOGRAFI PENULIS



Penulis dilahirkan di Lamongan, 10 Nopember 1991, merupakan anak ketiga dari lima bersaudara. Penulis telah menempuh pendidikan formal yaitu di SD Negeri Waru wetan, MTs Negeri Model Babat, dan MA Negeri Lamongan. Penulis melanjutkan studi di Kimia FMIPA ITS melalui jalur SNMPTN pada tahun 2010 dan terdaftar dengan NRP 1410 100 057. Penulis mengambil Bidang Studi Kimia Instrumentasi dan Metode Analisis. Penulis pernah menempuh kerja praktek di Instalasi Pengolahan Air Limbah (IPAL) PT. Sier Rungkut, Surabaya. Penulis pernah menjadi Asisten Laboratorium Kimia Dasar untuk Biologi, Metode Pemisahan dan Pemurnian (MPP) dan Dinamika Kimia. Untuk keterangan lebih jelas mengenai Tugas Akhir ini dapat menghubungi penulis melalui email berikut: nobitachan3@gmail.com